

Vysoká škola báňská – Technická univerzita Ostrava  
Fakulta metalurgie a materiálového inženýrství

Diplomová práce

Vlastnosti martenzitické antikorozní oceli před a po cyklickém  
zatěžování

Properties of martensitic stainless steel before and after cyclic loading

Ostrava 2017

Jana Maluchová

## Zadání diplomové práce

Student: **Bc. Jana Maluchová**

Studijní program: N3923 Materiálové inženýrství

Studijní obor: 3911T036 Progresivní technické materiály

Téma: Vlastnosti martenzitické antikorozi oceli před a po cyklickém zatěžování  
Properties of martensitic stainless steel before and after cyclic loading

Jazyk vypracování: čeština

Zásady pro vypracování:

1. Úvod
2. Teoretický rozbor antikorozi materiálů
3. Dosažené základní mechanické vlastnosti u martenzitické antikorozi oceli před a po cyklickém zatížení
4. Mikrostrukturní rozbor studovaného materiálu před a po cyklickém zatěžování
5. Závěr

Seznam doporučené odborné literatury:

1. O. Bokůvka, N. Nicoletto, L. Kunz, P. Palček, F. Nový, M. Chalupová: Fatigue of materials at low and high frequency loadings, University of Žilina, 2014, 146 p.
2. P. Wang, S.P. Lu, N.M. Xiao, D. Li, Y.Y. Li: Effect of delta ferrite on impact properties of low carbon 13Cr-4Ni martensitic stainless steel, Mat. Sci. Eng., Vol. 527, Issue 13-14, 2010, pp. 3210-3216.
3. L. Schafer: Influence of delta ferrite and dendritic carbides on the impact and tensile properties of martensitic chromium steel, J. Nuclear Mater., Vol. 258-263, 1998, pp. 1336-1339.

Formální náležitosti a rozsah diplomové práce stanoví pokyny pro vypracování zveřejněné na webových stránkách fakulty.

Vedoucí diplomové práce: **prof. Ing. Eva Mazancová, CSc.**

Datum zadání: 30.11.2016

Datum odevzdání: 10.05.2017

prof. Ing. Vlastimil Vodárek, CSc.  
vedoucí katedry



prof. Ing. Jana Dobrovská, CSc.  
děkanka fakulty

# Zásady pro vypracování diplomové práce

## I.

Diplomovou prací (dále jen DP) se ověřují vědomosti a dovednosti, které student získal během studia, a jeho schopnosti využívat je při řešení teoretických i praktických problémů.

## II.

### Uspořádání diplomové práce:

- |  |                              |
|--|------------------------------|
| 1. Titulní list                              | 6. Obsah DP                  |
| 2. Originál zadání DP                        | 7. Textová část DP           |
| 3. Zásady pro vypracování DP                 | 8. Seznam použité literatury |
| 4. Prohlášení + místopřísežné prohlášení     | 9. Přílohy                   |
| 5. Abstrakt + klíčová slova česky a anglicky |                              |

ad 1) Titulní list je koncipován podle požadavků příslušné oborové katedry.

ad 2) Originál zadání DP student obdrží na své oborové katedře.

ad 3) Tyto „Zásady pro vypracování diplomové práce“ následují za originálem zadání DP. („Zásady pro vypracování diplomové práce“ jsou ke stažení na webových stránkách fakulty).

ad 4) Prohlášení + místopřísežné prohlášení napsané na zvláštním listu (ke stažení na webových stránkách fakulty) a vlastnoručně podepsané studentem s uvedením data odevzdání DP. V případě, že DP vychází ze spolupráce s jinými právníckými a fyzickými osobami a obsahuje citlivé údaje, je na zvláštním listě vloženo prohlášení spolupracující právnické nebo fyzické osoby o souhlasu se zveřejněním DP.

ad 5) Abstrakt a klíčová slova jsou uvedena na zvláštním listu česky a anglicky v rozsahu max. 1 strany pro obě jazykové verze.

ad 6) Obsah DP se uvádí na zvláštním listu. Zahrnuje názvy všech očíslovaných kapitol, podkapitol a statí textové části DP, odkaz na seznam příloh a seznam použité literatury, s uvedením příslušné stránky. Předpokládá se desetinné číslování.

ad 7) Textová část DP obvykle zahrnuje:

- Úvod, obsahující charakteristiku řešeného problému a cíle jeho řešení v souladu se zadáním DP;
- Vlastní rozpracování DP (včetně obrázků, tabulek, výpočtů) s dílčími závěry, vhodně členěné do kapitol a podkapitol podle povahy problému;
- Závěr, obsahující celkové hodnocení výsledků DP z hlediska stanoveného zadání.

DP bude zpracována v rozsahu min. cca 45 stran (včetně obsahu a seznamu použité literatury).

Text musí být napsán vhodným textovým editorem počítače po jedné straně bílého nelesklého papíru formátu A4 při respektování následující doporučené úpravy - písmo Times New Roman 12b; řádkování 1,5; okraje – horní, dolní – 2,5 cm, levý – 3 cm, pravý 2 cm, zarovnání do bloku. Fotografie, schémata, obrázky, tabulky musí být očíslovány a musí na ně být v textu poukázáno. Budou zařazeny průběžně v textu, pouze je-li to nezbytně nutné, jako přílohy (viz ad 9). Odborná terminologie práce musí odpovídat platným normám. Všechny výpočty musí být přehledně uspořádány tak, aby každý odborník byl schopen přezkoušet jejich správnost. Matematické vzorce musí být číslovány (v kulatých závorkách).



U vzorců, údajů a hodnot převzatých z odborné literatury nebo z praxe musí být uveden jejich pramen - u literatury citován číselným odkazem (v hranatých závorkách) na seznam použité literatury. Nedostatky ve způsobu vyjadřování, nedostatky gramatické, neopravené chyby v textu mohou snížit klasifikaci práce.

ad 8) DP bude obsahovat alespoň 15 literárních odkazů, z toho nejméně 5 v některém ze světových jazyků.

Seznam použité literatury se píše na zvláštním listě. Citaci literatury je nutno uvádět důsledně v souladu s ČSN ISO 690. Na práce uvedené v seznamu použité literatury musí být uveden odkaz v textu DP.

ad 9) Přílohy budou obsahovat jen ty části (speciální výpočty, zdrojové texty programů aj.), které nelze vhodně včlenit do vlastní textové části např. z důvodu ztráty srozumitelnosti.

### III.

Diplomovou práci student odevzdá ve dvou knihařsky svázaných vyhotoveních, pokud katedra garantující studijní obor neurčí jiný počet. Vnější desky budou označeny takto:

nahoře: *Vysoká škola báňská - Technická univerzita Ostrava*  
*Fakulta metalurgie a materiálového inženýrství*  
*Katedra .....*

uprostřed: *DIPLOMOVÁ PRÁCE*

dole: *Rok* *Jméno a příjmení*

Kromě těchto dvou knihařsky svázaných výtisků odevzdá student kompletní DP také v elektronické formě do IS EDISON. Práce vložená v elektronické formě do IS EDISON se musí zcela shodovat s prací odevzdanou v tištěné formě. Po vložení DP do IS EDISON bude provedena její kontrola na plagiátorství.

### IV.

Nesplnění výše uvedených zásad pro vypracování diplomové práce může být důvodem nepřijetí práce k obhajobě. O nepřijetí práce k obhajobě rozhoduje v tomto případě garant příslušného studijního oboru. Tyto zásady jsou závazné pro studenty všech studijních programů a forem navazujícího magisterského studia Fakulty metalurgie a materiálového inženýrství Vysoké školy báňské – Technické univerzity Ostrava od akademického roku 2016/2017.

Ostrava 2. 12. 2016



**Prof. Ing. Jana Dobrovská, CSc.**  
děkanka Fakulty metalurgie a materiálového inženýrství  
VŠB-TU Ostrava

# PROHLÁŠENÍ

Prohlašuji, že

- jsem byl(a) seznámen(a) s tím, že na moji diplomovou práci se plně vztahuje zákon č. 121/2000 Sb. - autorský zákon, zejména §35 - užití díla v rámci občanských a náboženských obřadů, v rámci školních představení a užití díla školního (§60 - školní dílo);
- беру на вѣдомі, že Vysoká škola báňská - Technická univerzita Ostrava (dále jen VŠB - TUO) má právo nevýdělečně ke své vnitřní potřebě diplomovou práci užít (§35 odst. 3);
- souhlasím s tím, že diplomová práce bude archivována v elektronické formě v databázi Ústřední knihovny VŠB - TUO a jeden výtisk bude uložen u vedoucího diplomové práce. Souhlasím s tím, že údaje o diplomové práci budou zveřejněny v informačním systému VŠB-TUO;
- bylo sjednáno, že s VŠB - TUO, v případě zájmu z její strany, uzavřu licenční smlouvu s oprávněním užít dílo v rozsahu §12 odst. 4 autorského zákona;
- bylo sjednáno, že užít své dílo - diplomovou práci nebo poskytnout licenci k jejímu využití mohu jen se souhlasem VŠB - TUO, která je oprávněna v takovém případě ode mne požadovat přiměřený příspěvek na úhradu nákladů, které byly VŠB - TUO na vytvoření díla vynaloženy (až do jejich skutečné výše);
- беру на вѣдомі, že odevzdáním své diplomové práce souhlasím s jejím zveřejněním podle zákona č. 111/1998Sb., o vysokých školách a o změně a doplnění dalších zákonů (Zákon o vysokých školách) bez ohledu na výsledek její obhajoby.

**Místopřísežně prohlašuji, že jsem celou diplomovou práci vypracoval(a) samostatně.**

V Ostravě 10.5.2017 .....

.....  
podpis (jméno a příjmení studenta)

## **ABSTRAKT**

Cílem práce je rozbor antikoročních materiálů se zaměřením na martenzitickou korozivzdornou ocel. Nejprve je v práci popsáno rozdělení a použití korozivzdorných materiálů a slitin. Poté se zaměřuje na cyklické a materiálové zkoušky.

V experimentální části bylo provedeno porovnání základních mechanických vlastností martenzitické antikoroční oceli před a po cyklickém namáhání, které poukázalo na to, že se po namáhání materiál nezpevňoval, ale pouze narůstala plasticita. Metalografické hodnocení vzorků odhalilo, že zkoumaný vzorek obsahoval únavovou trhlinu, která vznikla díky cyklickému namáhání.

**Klíčová slova:** martenzitická korozivzdorná ocel, cyklické namáhání, únavový lom

## **ABSTRAKT**

The main goal of this work is the analysis of stainless steel focused on martensitic stainless steel. Firstly, dividing and application of stainless steels and alloys are described in the work. Afterwards it is focused on cyclical and material tests.

In the experimental part comparison of basic mechanical properties of martensitic stainless steel before and after cyclic loading was carried out, which proved that material was not strengthened after loading and only plasticity was increased. Metallographic evaluation of samples revealed fatigue crack which resulted from cyclic loading.

**Key words:** martensitic stainless steel, cyclic loading, fatigue crack

## **Poděkování:**

Ráda bych poděkovala vedoucí mé diplomové práce prof. Ing. Evě Mazancové, CSc. za její podnětné návrhy a čas, který mi věnovala.

Tato diplomová práce vznikla za přispění projektů Studentské grantové soutěže SP2017/60 Rozvoj experimentálních metod charakterizace struktury a vlastností technických materiálů, SP2017/58 Specifický výzkum v metalurgickém, materiálovém a procesním inženýrství a v rámci projektu LO1203" Regionální materiálově technologické výzkumné centrum – program udržitelnosti za finanční podpory Ministerstva školství mládeže a sportu České republiky

# Obsah

<b>1. Úvod</b>	2
<b>2. Teoretický rozbor antikoročních materiálů</b>	3
2.1 Koroze kovů a slitin	3
2.1.1 Chemická koroze a elektrochemická koroze	4
2.1.2 Atmosférická koroze	4
2.1.3 Korozní napadení	5
2.1.4 Korozní praskání (SCC – stress corrosion cracking)	5
2.2. Rozdělení korozivzdorných ocelí a slitin podle jejich struktury	6
2.2.1 Feritické a poloferitické oceli	7
2.2.1.2 Vlastnosti feritických ocelí	8
2.2.1.3 Použití feritických ocelí	9
2.2.2 Austenitické oceli	9
2.2.2.1 Použití Austenitických ocelí	11
2.2.3 Austeniticko-feritické oceli	11
2.2.3.1 Vliv legujících prvků	12
2.2.3.2 Použití Duplexních ocelí	12
2.2.4 Martenzitické oceli	12
2.2.4.1 Martenzit	13
2.2.5 Precipitačně vytvrditelné	13
2.2.5.1 Martenzitické – precipitačně vytvrditelné	14
2.2.5.2 Austenitické – precipitačně vytvrditelné	14
2.3 Slitiny Niklu	14
2.3.1 Korozivzdorné slitiny Ni	15
2.3.2 Nikl	15
2.4 Titan a slitiny titanu	16
2.5 Výroba korozivzdorných ocelí	16
2.6 Použití korozivzdorných ocelí	17
2.6.1 Tlaková láhev	17
2.6.2 Rozdělení lahví podle použitého materiálu	18
2.6.2.1 Ocelové láhve	18
2.6.2.2 Hliníkové láhve	18



2.6.2.3 Ocelové nebo hliníkové láhve s částečným ovínem .....	18
2.6.2.4 Ocelové nebo hliníkové láhve s celkovým ovínem .....	19
2.7. Označení vysokotlakých láhví .....	20
2.7.1 Značení ražením .....	20
2.7.2. Barevné označení .....	20
2.7.3 Etikety ADR a CLP .....	20
2.8 Výroba .....	21
<b>3. EXPERIMENTÁLNÍ ČÁST - Dosažené základní mechanické vlastnosti u martenzitické antikorozi oceli před a po cyklickém zatížení.....</b>	<b>21</b>
3.1 Cyklické zkoušky.....	21
3.1.1 Zkouška přetlakem.....	22
3.1.2 Únava při cyklickém zatížení .....	22
3.1.2.1.1 Nízkocyklová únava .....	22
3.1.2.1.2 Vysokocyklová únava.....	23
3.2 Zkoušky materiálové .....	23
3.2.1 zkouška tvrdosti .....	23
3.2.2 Zkouška tahem .....	24
3.2.3 zkouška rázem v ohybu .....	24
3.3 Metalografie – kvantitativní, srovnávací .....	24
3.4 Vlastnosti oceli dodané martenzitické oceli.....	25
3.4.1 Legující prvky .....	26
3.4.2 Dosažené hodnoty před a po cyklickém namáhání .....	27
<b>4. Mikrostrukturní rozbor studovaného materiálu před a po cyklickém zatěžování ..</b>	<b>29</b>
4.2. Metalografické hodnocení vzorků .....	31
4.2.1 Lineární metoda .....	36
4.2.2 Srovnávací metoda .....	36
4.2.3 Podíl $\delta$ -feritu .....	37
4.3 Mikrofraktografie.....	38
4.3.1 Spektrální analýza .....	40
<b>5. Závěr .....</b>	<b>42</b>
<b>Literatura: .....</b>	<b>43</b>

## 1. Úvod

Již odpradávná doprovází vývoj lidstva ocel. Je stále více perspektivní a tradiční a často si ji spojujeme s technickým pokrokem. Ve světě můžeme nalézt přes 2000 druhů ocelí a větší polovina z nich se vyvinula až v posledních letech. Ocel není využívána jen v průmyslu, ale nalezla uplatnění i při stavbě reprezentativních budov, sportovních hal, mostů atd.

Původně se ocel získávala zpracováním železné rudy, kdy se taví při teplotě 1600 °C a následovalo ochlazení. Tento postup se časem tak zdokonalil, že pro každý účel můžeme vyrobit speciální ocel. Navíc je výhodou možnost recyklace, kdy se ocel vyrábí přidáním ocelového šrotu. Nevýhodou je však koroze, což je působení kyslíku na povrch materiálu. Bylo tedy potřeba zaměřit se na ochranu povrchu a tak se používá např. pozinkování, ochranné nátěry nebo zušlechťování oceli. Předchůdcem rozvoje dnešních korozivzdorných ocelí byli v roce 1912 Eduard Maurer a Benno Strauss [1]. Zjistili, že když přimíchají 12 % Cr, 7 % Ni a dodrží podmínky tepelného zpracování při výrobě, pak ocel ztratí náchylnost ke korozi. Postupný vývoj a zvyšování korozivzdornosti doprovází snaha o zlepšení mechanických vlastností, žárovevnosti, svařitelnosti a také zlepšení pevnostních vlastností za nízkých teplot s dobrou houževnatostí a tažností. Díky vývoji nových metalurgických procesů, můžeme vyhovět novým požadavkům na korozivzdorné oceli se specifickými vlastnostmi, a to snížením obsahu slitinových prvků nebo nečistot. Zlepšením také byly slitiny s nízkým obsahem uhlíku, martenzitické, dvoufázové a austenitické typy ocelí.

Pro případ maximálního namáhání a žárovevnosti, se využívají slitiny na bázi niklu, kdy se korozivzdorných vlastností dosahuje legováním např. molybdenem nebo několika slitinovými prvky. Do korozivzdorných ocelí patří i technicky čistý nikl a titan, slitiny titanu s platinou a palladiem, či slitiny niklu s mědí.

V práci jsou popsány antikoroziční materiály s bližším prozkoumáním martenzitické antikoroziční oceli s cca 15 % Cr 4 % Ni a přísadou Mo po cyklickém namáhání. Daná ocel je vhodná pro vysokoteplotní aplikace. Cílem práce je porovnání základních mechanických vlastností po a před cyklickým namáháním. K dispozici byl vzorek, který byl podroben materiálovým zkouškám, které poté byly porovnány a zhodnoceny. Dále se práce zabývá

strukturním rozbořem vzorků po cyklickém namáhání a detailně zkoumá trhlinu, která díky namáhání v materiálu vznikla.

## **2. Teoretický rozbor antikoročních materiálů**

### **2.1 Koroze kovů a slitin**

Jedná se o porušování kovů kapalnými nebo plynnými látkami vlivem chemické nebo elektrochemické reakce, která vzniká díky okolnímu prostředí a výsledkem je znehodnocení materiálu a jeho úbytek. Korozi je potřeba sledovat, jelikož nám způsobuje ztráty jak materiálu, tak nákladů, které jsou spjaty s jeho opravou nebo výměnou zkorodovaných částí. Abychom zmírnili následky koroze a tím šetřili náklady na jejich odstranění, je potřeba zohlednit ve výrobě i protikorozi ochranu a provádět kontroly zařízení. Pokud hovoříme o protikorozi ochraně, máme na mysli pět opatření:

- vhodný materiál (každé prostředí má jiné podmínky)
- správné prostředí (úprava inhibitorů)
- povlakování (ochranná vrstva)
- úpravy konstrukce (vhodný tvar)
- ochrana elektrická (katodická)

Tyto základní druhy ochrany se je možno v praxi různě kombinovat nebo upravovat.

Většina kovových materiálů a jejich slitin oxidují, neboli přechází do stavu okysličeného (oxidovaného). Tato změna je podmíněna změnou entalpie  $\Delta G$ , což je rozdíl potenciálu látek a je závislá na teplotě.

Na rozdíl od hliníku, kdy koroze vytvoří na povrchu tenkou vrstvu a neproniká již dovnitř, koroze u ocelí proniká do hloubky, vznikají zrezivělé vrstvy, které se odlupují.

## 2.1.2 Původ koroze

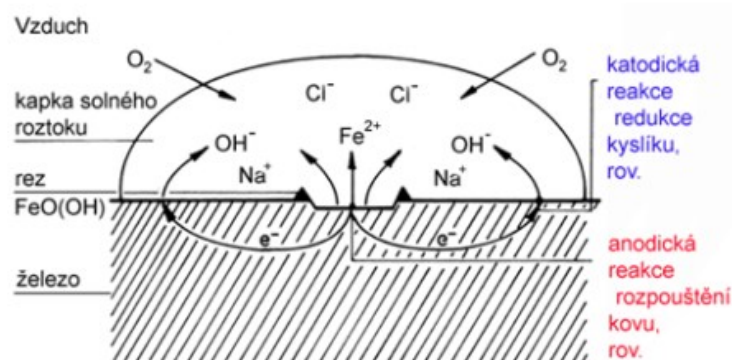
V závislosti na prostředí a působení, máme různé druhy koroze. Když vezmeme v úvahu korozní děje, pak se dělí koroze v zásadě na chemickou a elektrochemickou.

### 2.1.1 Chemická koroze a elektrochemická koroze

Vnější podmínky nám rozdělují chemickou (v nevodivém prostředí) a elektrochemickou korozi (vodivé prostředí – elektrolyt, tavenina) a jsou spojeny díky přenosu náboje, čili s výskytem elektrického proudu. Musíme se také zaměřit na vnější činitele (složení a pH prostředí, záření, proudění, okolní magnetické pole aj.) nebo vnitřní činitele (struktura, složení materiálu, povrchová úprava) [2].

### 2.1.2 Atmosférická koroze

Díky vlhkosti vzduchu, znečištění, teplotě se atmosférická koroze může brát jako koroze s elektrochemickým charakterem. Koroze probíhá na rozhraní kov-voda, která na předmětu ulpěla díky kondenzaci vodních par ze vzduchu. V této vzniklé vrstvě jsou složky jako oxid siřičitý, uhelnatý, aerosol, amoniak apod. Teplota zde hraje významnou roli, jelikož urychluje spolu s kyslíkem katodickou reakci a tím pádem i vznik atmosférické koroze. Příklad je uveden na Obr. 1.



Obr. 1 Schématicky znázorněné děje, probíhající pod kapkou vody na povrchu Fe [3]


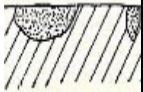
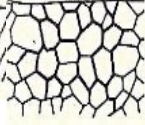

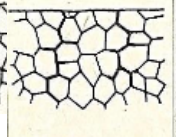



### 2.1.3 Korozní napadení

Odolnost proti celkové korozi způsobuje pasivita. Jedná se o jev, který zmírňuje chemickou reaktivitu kovů a slitin. Může být definována jako tenký neviditelný povlak oxidu na povrchu kovu, který se vytvořil reakcí s okolním prostředím. Místy se však může pasivita porušit a v těch místech se naopak koroze urychlí. Tento jev je významný u korozivzdorných ocelí.

Pokud koroduje povrch oceli rovnoměrně, hovoříme o celkové korozi. Nebezpečnou formou koroze je nerovnoměrné napadení ocelí, jako je koroze bodová, štěrbinová, mezikrystalová, korozní únava nebo praskání. Příklady napadení koroze jsou ukázány v Tab.1.

Tab. 1 Porovnání hlavních druhů koroze

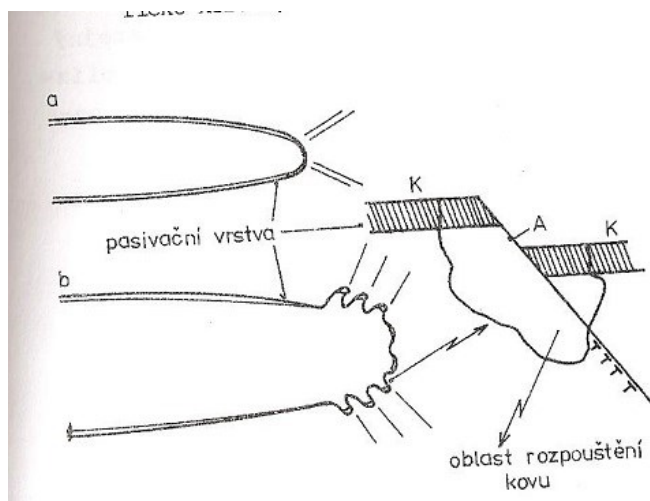
Forma koroze	Rovnoměrná	Důlková a bodová	Mezikrystalová	Selektivní	Mazikrystalové korozní trhliny	Transkrystalické korozní trhliny
Char. Projev						

### 2.1.4 Korozní praskání (SCC – stress corrosion cracking)

Strojní součásti a zařízení jsou většinou namáhány nejen korozním prostředím, ale také vnějším napětím. To zrychluje samotný proces koroze a způsobuje, že se trhлина šíří rychleji a tím se zkracuje doba potřebná pro lom.

Tento degradační proces závisí nejen na prostředí a teplotě, ale také na faktoru intenzity napětí, který je způsoben zatížením konstrukce. Pokud je  $K_I$  (faktor intenzity napětí) nízký, pak způsobuje interkrystalický lom. Při vyšších hodnotách je praskání transkrystalické kvazikřehké, pokud jsou nejvyšší, praskání se šíří mechanismem nukleace a růstu dutin.

Rychlejší šíření trhliny na povrchu lomové plochy, zapříčiňuje porušování pasivační vrstvy na špičce trhliny. To zapříčiní, že se kov obnaží v místě kořene trhliny a začne se chovat jako anoda a začne rozpouštění kovu. Katodou je pak pasivační vrstva (Obr. 2) [4].

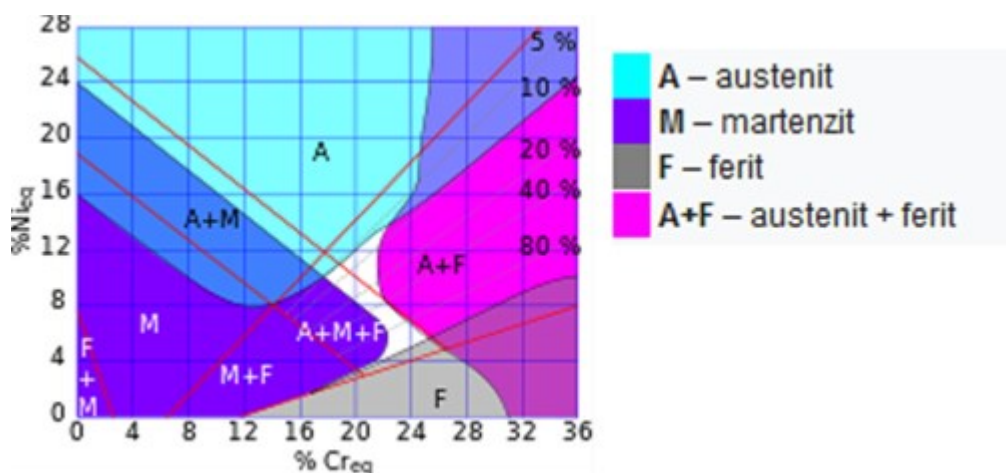


Obr. 2 Korozní praskání a) otupení kořene trhliny – plastická deformace, b) porušování pasivační vrstvy, K- katoda, A-anoda [4]

## 2.2. Rozdělení korozivzdorných ocelí a slitin podle jejich struktury

Když mluvíme o korozivzdorných ocelích, musíme se blíže podívat na jejich složení. Jedná se o chromové slitiny (12 – 30 % Cr) se železem, niklem (30 % Ni) nebo manganem (24 % Mn) a další slitinové prvky jako molybden, křemík, měď, titan, niob, dusík apod. Důležitým prvkem je zde chrom, který dává pasivitu slitin a korozní ochranu [5]. Ačkoliv jsou v korozivzdorných ocelích hojně zastoupeny prvky jako Cr, Mn, Ni a další, základním prvkem zůstává železo a jeho slitina s uhlíkem neboli ocel.

Schaefflerův diagram zobrazuje chemické složení ve struktuře oceli. Ukazuje závislost obsahu prvků, rozšiřující oblast austenitu. Oblast gama uzavírají prvky feritotvorné jako Si, Mo, Al, Nb, V a Ti [6]. Austenitotvorné prvky rozšiřují ekvivalent niklu a jsou to Ni, N, Cu, Mn (Obr. 3).



Obr. 3 Schaefflerův diagram - zobrazení oblastí podle chemického složení korozivzdorných ocelí [7]

Když se blíže podíváme na Schaefflerův diagram, je vidět, že se korozivzdorné oceli liší a určují se podle  $Cr_{eq}$  (chromový ekvivalent) a  $Ni_{eq}$  (niklový ekvivalent) [8]. Vypočítají se dosazením do rovnic (1) a (2).

- Určení  $Cr_{eq}$  na základě feritotvorných prvků:

$$Cr_{eq} = Cr + Mo + 1,5Si + 0,5Nb \quad [\%] \quad (1)$$

- Určení  $Ni_{eq}$  na základě austenitotvorných prvků:

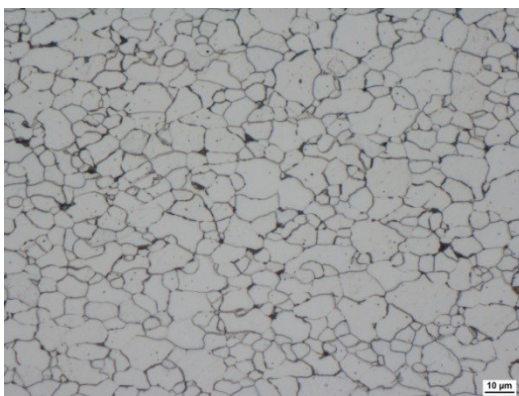
$$Ni_{eq} = Ni + 0,5Mn + 30C + 30N \quad [\%] \quad (2)$$

Rozdělení korozivzdorných ocelí podle struktury je na feritické, austenitické, dvoufázové neboli duplexní a martenzitické.

### 2.2.1 Feritické a poloferitické oceli

Základem je tuhý roztok  $\alpha$  neboli ferit. Ten se ve slitině železa a chromu (více než 13 % Cr) po chladnutí již nezmění, pokud by obsah Cr nepřekročil 26 %. Feritická struktura existuje do teplot tepelného zpracování jakým je žihání (do 900 °C) s rychlým ochlazením [9]. Pokud bychom překročili tuto teplotu, dochází pak k částečné austenitické přeměně a vzniká smíšená struktura, tzv. poloferitická ocel.

Nejsou kalitelné, jelikož při ohřevu nevzniká přeměna ferit – austenit a tudíž při ochlazení nevzniká martenzit. Základní feritická ocel zpracována ohřevem na 780-900 °C s následujícím ochlazením vykazuje strukturu s volně rozptýlenými karbidy chromu a nitridy. Druh karbidů závisí na teplotě. Feritická ocel je zobrazená na Obr. 4 [10].



Obr. 4 Struktura feritické oceli s obsahem uhlíku 0,048 %. Perlit – tmavé částice [10]

Tyto oceli můžeme rozdělit do skupin:

- I skupina – 11,5 – 13,5 % Cr, obsah uhlíku < 0,08 % - díky feritotvorného prvku (Al, Ti nebo Nb) je potlačena martenzitická přeměna
- II skupina - 16 – 18 % Cr, obsah uhlíku < 0,1 % - oceli stabilizované Ti nebo Nb, mohou být legovány Mo.
- III Skupina - >20 % Cr, obsah uhlíku 0,002-0,2 % - největší korozní odolnost
- Superferity - 18-29 % Cr- pouze feritická struktura s velmi nízkým obsahem C a N, stabilizátor Ti a Nb -

### 2.2.1.2 Vlastnosti feritických ocelí

**Fyzikální** – s rostoucím obsahem Cr klesá tepelná roztažnost a elektrická vodivost (tepelná vodivost – při nízkých teplotách), hustota mírně klesá

**Mechanické vlastnosti** – mezi tyto vlastnosti patří hlavně mez pevnosti (380-650 MPa) a kluzu (210-280 MPa), tažnost (18 – 25 %).



**Křehnutí** – pevnost a tvrdost je možné zvyšovat pouze omezeným tepelným zpracováním, což vede ke křehnutí ocelí se snižující se houževnatostí. Pokud byly feritické oceli vyhřátý nad teplotu 1000 °C, mluvíme o křehnutí za vysokých teplot. Můžeme také dosáhnout křehnutí tvorbou fáze sigma v ocelích s obsahem chromu nad 15 % při teplotách 600-800 °C. Pokud dosáhneme nižší teploty 475 °C, zde se oceli ukazují zvýšením tvrdosti a pevnosti, naopak snížením tažnosti.

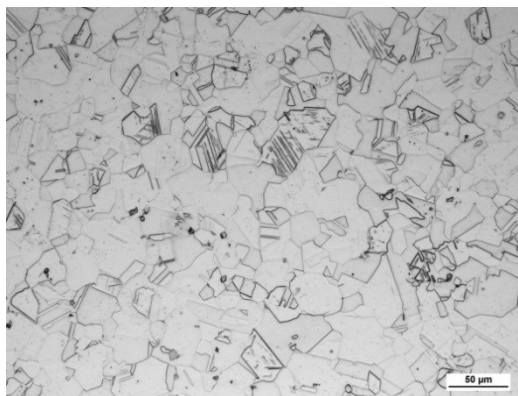
**Vrubová citlivost** – Feritické oceli jsou sice tvárné s dobrou tažností, ale jsou citlivé ve vztahu k vrubu. Je to díky přechodové teplotě, která je mezi 20-200 °C a stoupá podle ostroty vrubu.

### 2.2.1.3 Použití feritických ocelí

Stejnou tepelnou roztažnost jako některé druhy skla, mají feritické oceli, a proto se využívají pro zátavy při výrobě elektronik, rentgenek a obrazovek. Další využití je v potravinářství, letectví, lehkém průmyslu atd. Feritické oceli jsou význačné svou odolností proti korozi v agresivním prostředí (amoniak, čpavek, kyseliny dusičné aj.) [11].

### 2.2.2 Austenitické oceli

Tento druh oceli obsahuje větší množství chromu (18 % Cr) s niklem (9 % Ni) a dalšími přísadami manganu a dusíku. Název austenitické získali díky austenitické struktury za nízkých až minusových teplot. Tuto strukturu (Obr. 5) zajišťují hlavně nadbytek niklu, dusíku, manganu nebo uhlíku. Podstatnou vlastností je jejich houževnatost a tažnost. Základní složení ocelí se upravuje, abychom získali specifické vlastnosti, jakými jsou například korozní odolnost (Cr, Mo, Cu, Ni), obrobitelnost (S, Se, F, Pb, Cu), odolnost proti praskání ve svaru (Mn), pevnost při tečení (Mo, Ti, Nb, B) a další [12]. Podle obsahu slitinových prvků dělíme austenitické korozivzdorné oceli na chromniklové, chrómmanganniklové, chrómmanganové.



Obr. 5 Mikrostruktura austenitické oceli [10]

Každý prvek má určitý vliv na strukturu a vlastnosti:

#### **Feritotvorné prvky**

**Chrom** – prvek, který je základním kamenem korozivzdorných ocelí pro pasivaci a odolnost proti oxidaci za zvýšených teplot.

**Křemík** - vyvolává praskání svarů. Odstraňuje sklon k mezikrystalové korozi.

**Molybden** – zlepšuje korozní odolnost, kromě roztoků z  $\text{HNO}_3$ .

**Hliník** - desoxidační prostředek

#### **Austenitotvorné prvky**

**Nikl** - při normální nebo nízké teplotě stabilizuje austenit.

**Mangan** – přispívá k potlačení praskání svarů. V porovnání s niklem, rozšiřuje austenitickou oblast při vysokých teplotách.

**Uhlík** – zlepšuje pevnost a stabilitu austenitu po válcování. Je však nežádoucí díky vyvolávání mezikrystalové koroze.

**Dusík** - zlepšuje pevnost aniž by vyvolával mezikrystalovou korozi.

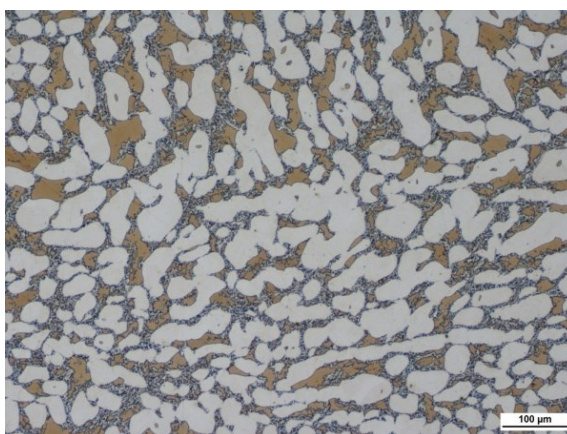
**Síra, olovo, selen, fosfor** – zvyšují obrobiteľnosť, ale snižujú korozivzdornosť

### 2.2.2.1 Použití Austenitických ocelí

Nejvíce se využívají austenitické oceli v technice ale také v průmyslu chemickém, farmaceutickém, potravinářském. Při domácím použití se můžeme setkat s ocelí například u příborů nebo dřezů.

### 2.2.3 Austeniticko-feritické oceli

Jinak nazývána také duplexní ocel (Obr. 6), která je kombinací vlastností austenických a feritických ocelí. Podíl feritu 30-50 % závisí nejen na chemickém složení, ale také na tepelném zpracování. Pokud budeme zvyšovat teplotu, bude se nám zvyšovat i obsah feritu v oceli. Chrom je v obsahu 18 %-28 % a nikl do 8 %, uhlík max. 0,03 %, dusík v rozmezí 0,1-0,25 %. Dusík se do ocelí přidává kvůli zpomalení precipitace karbidů, což zapříčiní vzestup stability při zvýšených teplotách. Díky legujícím prvkům se vyskytuje ve struktuře i intermetalická  $\sigma$  (sigma) fáze, která zhoršuje vlastnosti ocelí. Její tvorba na hranicích zrn feritu a austenitu vyčerpává molybden a chrom. Její tvorba je nežádoucí, a proto je potřeba dodržet správný postup tepelného zpracování.



Obr. 6 Duplexní ocel (po kování), hnědá fáze ferit, bílá fáze – austenit, drobné částice sigma fáze [10]

### 2.2.3.1 Vliv legujících prvků

**Chrom** – chrání ocel proti atmosférické korozi. Je feritotvorný a pokud je ho hodně, má za následek tvorbu intermetalických fází.

**Molybden** – odolnost proti důlkové korozi. Podobně jako chrom je feritotvorný, má za následek tvorbu intermetalických fází.

**Dusík** – díky dusíku materiál odolává štěrbinové korozi a snižuje rychlost tvorby intermetalických fází. Jedná se o austenitotvorný prvek, který zvyšuje pevnost a zlepšuje houževnatost materiálu.

**Nikl** – stabilizuje austenit díky přeměny krystalové mřížky na plošně středěnou.

### 2.2.3.2 Použití Duplexních ocelí

Největší uplatnění mají v petrochemickém, chemickém a jaderném průmyslu, v lodním průmyslu a všude tam, kde jsou kladeny požadavky na korozní odolnost a dobré mechanické vlastnosti.

### 2.2.4 Martenzitické oceli

Někdy je v literatuře můžeme najít také pod názvem kalitelné korozivzdorné oceli, které mají obsah chromu (11,5 – 17 %) a uhlíku (1,5 %). Podle množství se dělí na chromové a chromniklové. Aby byly oceli korozivzdorné, musí obsahovat více než 12 % Cr a tedy být obohaceny o prvky (Ni, C), které rozšiřují oblast  $\gamma$  podle Schaefflerova diagramu (Obr. 3). Pokud budeme snižovat množství uhlíku, budeme tím zvyšovat podíl feritu ve struktuře (max 20 %). Struktura martenzitické oceli je dokumentována na Obr. 7.





Obr. 7 Martenzitická ocel [10]

Korozivzdorné oceli mohou negativně ovlivnit zkřehnutí. To vzniká při ohřevu na 350-550 °C nebo díky vodíku, který může být patrný po tepelném zpracování v některých atmosférách.

Tyto oceli mají vysokou pevnost až do 600 °C. S přidavkem prvků W, V, Nb, Ti jsou označovány jako žárovevné.

#### **2.2.4.1 Martenzit**

Martenzit je tuhý roztok uhlíku v železe. V literatuře poukazuje Mazanec [12] při studování fázové přeměny austenitu na martenzit, na množství tvarů martenzitů. Tyto tvary se rozdělují do základních typů a to na látkový a deskový a povrchový.

Jeho výskyt v ocelích je podmíněn tvrdostí větší, než je základní fáze. Pokud vzniká z intersticiálního tuhého roztoku, je zde největší nárůst tvrdosti.

#### **2.2.5 Precipitačně vytvrditelné**

U ocelí je možné zlepšit mechanické vlastnosti díky kalení, legování, tváření nebo doválcováním. Pokud ale máme součást, která má složitý tvar, pak jsou tyto metody zpevňování těžce proveditelné a často se využívá alternativa precipitačně vytvrditelných ocelí.

### **2.2.5.1 Martenzitické – precipitačně vytvrditelné**

Vznikají díky rychlému ochlazení austenitických ocelí. Podle teploty počátku martenzitické přeměny  $M_s$  se dělí na oceli s přímou a nepřímou přeměnou a vytvrditelné z austenitu bez přeměny. U těchto typů ocelí se získává vysoká pevnost díky precipitačnímu vytvrzování za docela nízkých teplot.

S přímou přeměnou- Vznikají zakalením z teploty 1050 °C a po ochlazení na teplotu blízké  $M_s$  (150 – 250 °C) je struktura za normální teploty martenzitická. Pokud bychom chtěli zvýšit pevnost, museli bychom deformovat ocel za studena, což ale vede ke snížení tažnosti. Následuje precipitační zpracování. Oceli se většinou využívají v letectví, kosmickém a zbrojařském průmyslu, na nástroje pro protlačování, formy na tvarování např. plastů a gumy aj.

S nepřímou přeměnou – Teplota  $M_s$  leží u těchto ocelí pod normální teplotou, takže pokud ochlazujeme z vysokých teplot (1025-1075 °C) je struktura austenitická a až dalším ochlazením na -80 °C dojde k přeměně martenzitické. Následuje rozpouštěcí žihání při teplotě 700-800 °C s následným ochlazením na vzduchu.

### **2.2.5.2 Austenitické – precipitačně vytvrditelné**

Základ je precipitace z austenitu (700 °C) kdy se vylučují nitridy, karbidy nebo intermetalické fáze titanu či hliníku. Opracování je možné dokončit před tepelným zpracováním. Tyto oceli jsou korozivzdorné a žárupevné. Uplatnění je především v letectví nebo při použití za vysokých teplot.

## **2.3 Slitiny Niklu**

Hlavní otázkou pro letecký a raketový průmysl bylo, najít takový materiál, který by odolával vysokým teplotám a korozi či mechanickému namáhání při těchto teplotách. Dělíme

je na korozivzdorné a superslitiny. Tyto slitiny jsou součástí skupiny vykazující vysokou pevnost, jsou korozivzdorné, žárovevné a žárovzdorné.

### **2.3.1 Korozivzdorné slitiny Ni**

Jejich struktura je většinou austenitická. Obsah niklu může vystoupat až na 80 %, chrom zde zajišťuje pasivaci. Příkladem jsou například Ni-Cr-Fe, Ni-Mo-Cr, Ni-Cu nebo čistý nikl. Výborně odolávají koroznímu praskání za vysokých napětí, také bodové a štěrbinové korozi v kyselinách, navíc odolávají více korozím najednou. Snížením obsahu uhlíku (pod 0,02 %) se zapříčiní zcitlivění při kritické teplotě a delší výdrži na této teplotě, kdy se začne vylučovat uhlík na hranicích zrn jako karbid chromu až po delší době. Slitiny díky tomu odolávají mezikrystalové korozi (příklad 01NiCr16Mo16Fe5Ti, 02NiCr28Fe9 atd.) [12, 13]. Precipitaci intermetalických fází můžeme potlačit díky Si do 0,05 %. Stále větší poptávka po slitinách s vysokou čistotou přispěla ke snížení obsahu uhlíku pod 0,01 % u slitin II. Generace.

Niklové slitiny se využívají v leteckém, chemickém průmyslu, jaderné energetice atd. Využívají se při vysokých teplotách a tlacích v korozním prostředí, například při těžbě ropy z moře z hloubky 12 km při teplotě 400 °C a tlaku 200 MPa [14]. Nalezneme je převážně tam, kde se pracuje s mořskou vodou, jako je odsolování vody nebo použití mořské vody do chladičů platform pro těžbu ropy.

### **2.3.2 Nikl**

Technicky čistý nikl (nad 99 %) odolává oxidační korozi, na hranicích zrn potlačuje precipitaci při delším ohřevu za vysokých teplot. Díky elektrochemické ušlechtilosti je stálý i za podmínek pasivace.

TD-nikl je kompozitní materiál s obsahem ThO<sub>2</sub> v disperzní matici. Výhodou je jeho lomová pevnost, kterou lze ještě zvýšit díky tváření za studena až 2,5x.

## **2.4 Titan a slitiny titanu**

V poslední době je titan často využívaný materiál i přesto, že je dost reaktivní. Díky tomu, že se pokrývá oxidickou vrstvou (stejně jako hliník) je korozivzdorný jak proti atmosférické korozi, tak i ve slané i sladké vodě, v kyselinách, zásadách a prostředích s chloridy. Má i výborné vlastnosti co se týče poměru pevnost/hustota a velké uplatnění má v medicíně díky kompatibilitě s lidskou tkání.

Legováním ušlechtilými kovy jakými jsou platina nebo palladium může dosáhnout dalšího zlepšení korozních vlastností.

## **2.5 Výroba korozivzdorných ocelí**

Nejčastěji je vyráběná korozivzdorná ocel a její slitiny v EOP, což je elektrická oblouková pec s dmýchadlem, které vhání do pece kyslík. Tento postup umožňuje mít vsázku s chromem do 16 % s požadovaným množstvím uhlíku. Kyslík se vhání na konci reakce přímo do lázně a tím vyvolá exotermickou reakci a zvýšení teploty až na 2000 °C. Od teploty 1900 °C dochází k oxidaci uhlíku bez větší oxidace chromu, čímž získáme taveninu chudou na uhlík. Čím máme nižší podíl uhlíku, tím vyšší je podíl chromu, který oxiduje. Tyto velmi vysoké teploty jsou nevýhodné kvůli velké spotřebě žáruvzdorných materiálů a to zapříčiňuje malou produktivitu pece. Možnou změnou je oxidační oduhličení ve vakuu (VOD), které dmýchá kyslík přímo do lící pánve a upravuje oxidaci uhlíku. Díky tomu je možné do vsázky dát přesný podíl chromu, který potřebujeme v konečném stádiu a navíc je možné využít i recyklovatelný odpad. Vakuum tedy přispívá k oxidaci uhlíku a oduhličení. Dalším způsobem je využití argonu (AOD), kdy se roztavený kov oduhličí v konvertoru kyslíkem a argonem. Nahrazením argonu párou a kyslíkem dmýchaným do konvertoru (dnem) je postup značený CLU (Creusot Loire Uddeholm) [15].

Přesto, že největší výroba je realizována v obloukové peci, je malá část tavena indukčně ve vakuu (VIP). Využívá se pro speciální vysokolegované a žáropevné oceli díky vysokým nákladům na výrobu.

## 2.6 Použití korozivzdorných ocelí

Když pro výrobek vybíráme materiál, ze které bude vyroben, často se přihlíží na korozní vlastnosti. Proto je použití tak všestranné a časté. Své využití má například v potravinářství, chemickém průmyslu, stavebnictví aj. Často se využívá korozivzdorných ocelí při výrobě tlakových lahví, které můžeme vidět v automobilovém průmyslu, letectví atd.

### 2.6.1 Tlaková láhev

Pokud jde o tlakovou láhev, tak mluvíme o uzavřené nádobě, na jejíž stěnu působí tlak. Většinou má láhev tvar válce různých průměrů a délek a lišit se také může dno nádoby. Příklad tlakové láhve je zobrazen na Obr. 8, kde můžeme vidět rozdílné dno. Horní část láhve je opatřena závitem sloužící pro ventil.



Obr. 8. Tlaková láhev a) Konkávní dno b) Konvexní dno c) Konvexní dno s obručí [16].

Existuje celá řada lahví pro dodávku plynů a dělí se podle druhu plynu:

- stlačené plyny
- rozpuštěné plyny
- zkapalněné plyny s vysokým tlakem
- zkapalněné plyny s nízkým tlakem

Stlačené plyny jsou takové, které pod tlakem nekondenzují za pokojové teploty. Mezi takové patří například argon, dusík a kyslík. V lahvích je pak plyn pod tlakem 300 bar. Pokud hovoříme o rozpuštěných plynech, tak ty jsou dodávány v lahvích napuštěných rozpouštědlem jakým je aceton, ve kterém se rozpouští acetylen pod tlakem.  $\text{N}_2\text{O}$  neboli rajský plyn a  $\text{CO}_2$  se dodává ve zkapalněném stavu. Důvodem je jejich kritická teplota, která nesmí být překročena,

aby se nezměnila kapalina na plyn. Pokud jde o plyny s nízkým tlakem jakým je LPG nebo různé chladicí směsi, dodávají se v láhvích s nízkým tlakem. Takové láhve se často svařují.

Dále se láhve dělí podle použitého materiálu na hliníkové, které se používají kvůli své finální hmotnosti, nebo kvůli korozi láhve, kterou by způsobil plyn. Díky své hmotnosti se také využívají kompozitové, které pro představu využívají hasiči. Nejčastěji používaným druhem jsou ocelové láhve.

## **2.6.2 Rozdělení lahví podle použitého materiálu**

### **2.6.2.1 Ocelové láhve**

Díky své výrobě je tento typ lahví nejvyhledávanější. Tlakové láhve se vyrábí jako bezešvé nebo svařované, kdy u svařovaných si musíme hlídat, pro jaký tlak je chceme použít. Používají se oceli třídy 11- konstrukční uhlíkové oceli, 13- 15- konstrukční oceli nízko a středně legované [17].

### **2.6.2.2 Hliníkové láhve**

Pro tento typ lahví se využívá tvářená vytvrditelná slitina řady 6000 AlMgSi. Vyrábí se protlačováním za tepla nebo vylisováním za studena. Následuje úprava hrdla pro ventil. Následuje normalizační žíhání a umělé stárnutí.

### **2.6.2.3 Ocelové nebo hliníkové láhve s částečným ovínem**

Díky tomu, že spodní a vrchní část tlakové láhve má větší tloušťku, než její střed, aplikuje se proto částečný ovin („hoop wrapped“) [17]. Tato metoda není příliš využívána. Používá se jen u tlakových lahví vyrobených metodou flow-forming, kdy se kvůli požadavku na sníženou hmotnost snižuje tloušťka válcové části láhve.

#### 2.6.2.4 Ocelové nebo hliníkové láhve s celkovým ovinem

Třetí typ láhve se skládá ze dvou a více materiálů různých vlastností. Nejčastěji je láhev z hliníku. Ta je pak obalena skleněným, kevlarovým nebo karbonovým vláknem. Výztuž poskytuje 75-90 % pevnosti a přitom je láhev lehká. Největší oblibě se těší u záchranných složek.

#### 2.6.2.5 Kompozitní láhev s celkovým ovinem

Nejmenší hmotnost mají kompozitní láhve obalené uhlíkovými nebo aramidovými vlákny, která jsou ukotvena v epoxidové matrici. Vložka neposkytuje žádnou konstrukční pevnost. V automobilovém průmyslu se takové láhve využijí např. pro Hondu Civic a nesou označení CNG -4 [17]. Na Obr. 9 je ukázka kompozitní láhve využitě pro potápění [18].



Obr. 9 Kompozitní láhev Luxfer [18]



## **2.7. Označení vysokotlakých láhví**

Před zařazením do provozu musí projít tlaková láhev označením. Provádí se barevným nátěrem, který specifikuje plyn uvnitř láhve, a vyražením číslic a znaků na vrchlík láhve, které popisují vlastnosti a zkoušky samotné láhve.

### **2.7.1 Značení ražením**

Na vrchníku láhve se nachází předepsané údaje o tlakové láhvi, jakými jsou tlak, jmenovitý vodní objem, doba expirace, výrobní číslo, číslo certifikace, typ láhve, rozsah pracovních teplot a další.

### **2.7.2. Barevné označení**

Označuje se pouze vrchní část láhve a je to stanoveno dle normy ČSN EN 1089-3 pro technické a medicínální plyny. Barevné označení se hlavně používá pro rozeznání láhve na větší vzdálenost, kdy není patrný popis a značení. Pokud má plynná směs dvě nebezpečné vlastnosti, primárně se horní část láhve označuje nebezpečnějším plynem.

### **2.7.3 Etikety ADR a CLP**

Požadavky podle CPL (Classification Labelling Packaging of substances and mixtures) a dopravních předpisů ADR. Plyny v lahvích jsou klasifikovány jako nebezpečné věci a proto se musí jejich doprava také lišit. Nákladní automobily přepravující tlakové láhve mají dle evropské legislativy oranžové tabulky, které varují v případě nehody před nebezpečím.

## **2.8 Výroba**

Výroba lahví krok po kroku je pod drobnohledem a veškeré úkony se pečlivě zaznamenávají a archivují. Jak již bylo zmíněno, dělení tlakových lahví je na bezešvé a svařované.

Požadavkem je, abychom dosáhli válcovitý tvar. Ocelové lahve se za působení tepla vykovávají, vylisují nebo zpětně protlačují. Do vzniklého hrdla se poté vyřeže závit. Hliníkové lahve získáme buď protlačováním za tepla, nebo vylisováním za studena z ploché desky. Následuje úprava hrdla pro závit.

## **3. EXPERIMENTÁLNÍ ČÁST - Dosažené základní mechanické vlastnosti u martenzitické antikorozi oceli před a po cyklickém zatížení**

### **3.1 Cyklické zkoušky**

Součást musí v provozu vydržet určitou míru cyklického zatížení. Někdy je zatížení malé, jindy velké, záleží na daném provozu. Proto jsou prováděny únavové zkoušky, abychom sledovali chování materiálu během cyklického zatížení. Navíc se využívají zjištěné hodnoty k porovnání vlastností používaného materiálu s novým materiálem, který chceme zavést do výroby [19].

Zkoušky jsou prováděny před uvedením do provozu. Pro tlakové lahve se využívají tlakové zkoušky a materiálové zkoušky tahem, tlakem a rázem v ohybu.

### 3.1.1 Zkouška přetlakem

Během této zkoušky je náhodně vybraná tlaková láhev zatížena cykly max. a min. přetlaku a musí vydržet 12000 cyklů bez porušení. Podle normy ČSN EN 1964-3 nesmí být spodní hodnota přetlaku méně než 30 bar a frekvence nesmí překročit 15 cyklů/min. Pokud je tlaková láhev s přetlakem  $> 450$  bar, může být spodní hodnota menší na  $2/3$  zkoušeného přetlaku. Lahve by pak měly vydržet 80000 cyklů bez trhliny. Minimální tloušťka dna po zkoušce se nesmí lišit o hodnotu vyšší než 15 %. Pokud po této zkoušce přetlakem nejeví láhev porušení trhlinou, je zkouška vyhovující.

### 3.1.2 Únava při cyklickém zatížení

Nevratné poškození, které vzniká díky cyklické únavě, je základním faktorem proměnlivého zatěžování. Důsledkem je změna mechanických vlastností, vznik trhlin a následné šíření těchto trhlin s konečným dolomem.

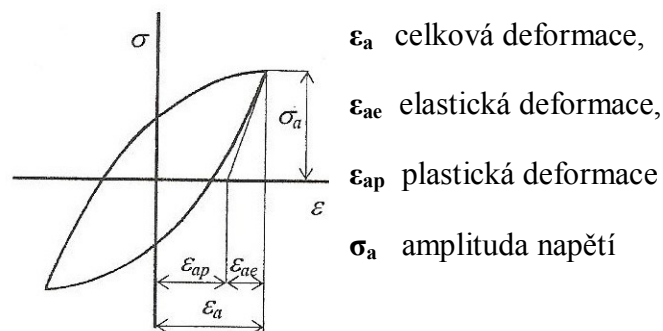
Změny vlastností u kovových materiálů jsou zapříčiněny změnami dislokační struktury, kdy podléhají cyklickému změkčení nebo naopak zpevnění [2]. Zpravidla se během cyklického zatěžování tvrdé materiály změkčují a měkké zpevňují.

Při pokračujícím zatěžování se díky nerovnostem (prohlubně po korozi, nerovnosti po obrábění, vruby nebo vady materiálu aj.) tvoří mikrotrhliny [20]. Nejaktivnější, či největší z nich se šíří přes hranice zrn a vlivem napětí se stáčí kolmo na působení hlavního napětí. Díky opakujícímu se otevírání a zavírání trhliny při cyklickém namáhání se trhlina šíří a tvoří striace (žlábký), dutiny a fazety které napomáhají k urychlení šíření trhliny až do lomu.

Podle velikosti plastické deformace rozdělujeme únavu na nízkocyklovou (makroobjem, celý průřez tělesa) a vysokocyklovou (lokální plastická deformace) [21].

#### 3.1.2.1.1 Nízkocyklová únava

Jedná se o cyklickou plastickou deformaci a s ní spojené změny v mikrostruktuře materiálu při periodicky opakovaném zatěžování. Sleduje se závislost napětí  $\sigma$  a deformace  $\epsilon$ . Průběh napětí a deformace tvoří hysterezní smyčku, která je zobrazena na Obr. 10.



Obr. 10 Schématické znázornění hysterezní smyčky [21]

### 3.1.2.1.2 Vysokocyklová únava

Jedná se o namáhání tělesa pod mezí kluzu, kdy v materiálu probíhají nevratné procesy i při makroskopickém elastickém namáhání. Podobně jako u nízkocyklové únavy probíhají plastické procesy, rozdílný je však jejich rozsah. Skluzový systém a nukleace trhliny je méně intenzivní a pomalejší, proto poškození trhlinou vzniká při větším počtu cyklů než u nízkocyklové únavy.

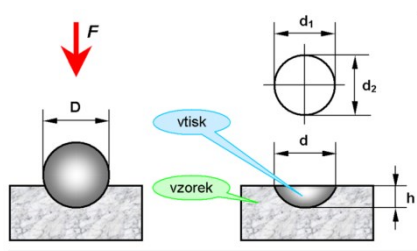
## 3.2 Zkoušky materiálové

### 3.2.1 zkouška tvrdosti

V praxi se často sleduje tvrdost materiálu, jakožto významnou mechanickou vlastnost. Tato je definována jako odolnost materiálu vůči deformaci tělesem (indentorem) při zatížení [22]. Nejčastěji se provádí zkouška tvrdosti podle Brinella a to z důvodu jednoduchosti, kdy v mnoha případech nemusíme pracně vyrábět zkušební vzorky a můžeme využít samotné zkoušené těleso. Jediný pozůstatek bude malý vtisk po vtlačení kuličky nebo tělíska.

U tlakových lahví se zkouška provádí ve střední části a na klenutí tlakové láhve dle ISO 6506.

Kulička (karbid wolframu) a průměru  $D$  (Obr. 11), je vtlačována silou do povrchu tělesa. Díky plastické deformaci kolem důlku vznikne vtisk a po určení síly a povrchu vtisku se určuje číslo tvrdosti dle ČSN EN ISO 6506-1.



Obr. 11 Zkouška tvrdosti podle Brinella [23]

### 3.2.2 Zkouška tahem

Tato zkouška se provádí za pokojové teploty na vzorku obdélníkového tvaru, odebraném z části láhve podle normy ČSN EN ISO 6892-1 a jde o zatížení tělesa tahem, než se dosáhne lomu. Odebrané vzorky nesmí být z vnější ani vnitřní strany nijak obrobené. Účelem je zjistit mechanické vlastnosti daného tělesa jakými jsou například mez kluzu  $R_e$ , mez pevnosti  $R_m$  a tažnost  $A$ .

- **$R_e$**  (mez kluzu) – začátek deformace – Při zatěžování může dojít k poklesu napětí-prodlevě. Pokud nenastane, pak hovoříme o hodnotě 0,2 % z celkového prodloužení- **$R_{p0,2}$** .
- **$R_m$**  (mez pevnosti) – největší dosažená síla
- **$A$**  (tažnost) po přetržení tyče změřené prodloužení

Vzorky se berou namátkově, ale je potřeba hlídat si, aby nedošlo k ovlivnění mechanických vlastností díky odběru vzorku, například díky vysokým teplotám pokud bychom použili řezání plamenem apod.

### 3.2.3 zkouška rázem v ohybu

Další používanou zkouškou pro tlakové nádoby je Charpyho kladivem podle normy ČSN ISO 148-1. Kdy je přeraženo zkušební těleso opatřené vrubem jedním rázem kladiva.

## 3.3 Metalografie – kvantitativní, srovnávací

U kvantitativní analýzy pozorujeme strukturu vždy v řezu a je potřeba analyzovat naměřené hodnoty. Při řezu strukturou je malá pravděpodobnost, že se trefíme do středu

částic, abychom je změřili, a proto je potřeba užít statistických metod. Analýza je buď bodová, která se využívá u malých a jemných částic. Dále je to plošná analýza a lineární.

Lineární metoda je dána délkou úsečky protínající zrna materiálu. Na snímek z mikroskopu při zvětšení 100x se nanese 2 přímky, které jsou na sebe kolmé. Počítají se protnutá zrna těmito přímkami. Poslední dvě zrna se počítají za jedno z důvodu, že nebývají protnutá celá. Vše se dosadí do rovnic tak, abychom vypočetli střední průměr  $d_m$  (3) a ten pak porovnali s tabulkovými hodnotami dle ČSN 42 0462.

**Průměr zrna střední hodnota  $d_m$ :** 
$$d_m \frac{L}{N \cdot g} \quad (3)$$

L... délka úseček  
N...počet zrn  
g...zvětšení

Jak již sám název vypovídá, srovnávací metoda pomáhá určit velikost zrna porovnáním s normovanými hodnotami. Je hojně využívaná hlavně z důvodu rychlosti určení, nese však riziko, že každý člověk má jiný názor a nemusí se v porovnávání shodnout. Srovnání můžeme provádět s Etalony podle normy ČSN EN ISO 643 nebo pomocí referenčních obrazů podle ASTM E112.

Srovnávací metodou se hodnotí nejen velikost zrn, ale také mikročistota nebo se stanovuje řádkovitost struktury.

### 3.4 Vlastnosti oceli dodané martenzitické oceli

Práce je zaměřena na martenzitickou korozivzdornou ocel, kterou lze použít pro výrobu tlakových lahví. Tuto ocel můžeme najít pod názvem APX4 a je jí přiřazen název „kyselinovzdorná“. Největší uplatnění má pro výrobky jako turbíny, hydraulické pumpy, šrouby a výrobky užívané ve slané vodě [23].

Jedná se o korozivzdornou chromniklovou ocel, která má dobré mechanické vlastnosti. Pokud je obsah uhlíku pod 1 % a je překročen obsah chromu nad 14 % není možné mít čistě martenzitickou strukturu po zakalení, ale je v ní i obsah  $\delta$ -feritu [24], který snižuje mez

pevnosti při creepu (tečení) a snižuje houževnatost. Omezit jej můžeme niklem, který stabilizující austenit nebo pokud zvýšíme tlak při tepelném zpracování.

Nejprve je potřeba podívat se na důležitý faktor ovlivňující vlastnosti materiálů, jakým je chemické složení, kdy se materiál chová jinak díky nežádoucím příměsím nebo různým obsahům legujících prvků.

Kontrolní chemická analýza studované oceli je uvedena v Tab. 2.

Tab. 2 Chemické složení dodaného vzorku martenzitické korozivzdorné oceli

Chemické složení v %	C	Mn	Si	P	S	Ni	Cr	Mo	N
	0,05	0,46	0,69	0,039	0,011	3,97	14,99	0,79	0,019

### 3.4.1 Legující prvky

Níže uvedené prvky mohou významným způsobem ovlivnit chování matrice, resp. její vlastnosti. Uhlík je prvek, který se rozpouští interstiticky v železe, razantně ovlivňuje teploty tváření a mechanické vlastnosti. Zvyšuje pevnost, dále také tvrdost a mez kluzu a naopak snižuje tažnost, obrobitelnost a houževnatost. Uhlík může tvořit karbidy (cementit) což je intermediální fáze a také perlit (směs cementitu a feritu) [25-26]. Obsah uhlíku ve zkoumaném vzorku je na spodní hladině normované hodnoty martenzitických ocelí.

Pokud jde o křemík, jedná se o feritotvorný prvek, kterým zvyšují mechanické vlastnosti, hlavně pak pevnost a tvrdost. Dále pak zvyšuje žáruvzdornost, odolnost proti opotřebení a mez únavy a kluzu. Křemík zvyšuje transformační teplotu, takže musíme si dát pozor na teplotu austenitizace.

Mangan stejně jako křemík zvyšuje mechanické vlastnosti, ale řadíme jej mezi austenitotvorné prvky. Pozitivně ovlivňuje tvařitelnost. Pokud by byl v oceli obsažen ve větší míře (více než 18 %), stala by se nemagnetickou [26]. U konstrukčních ocelí se využívá jako legující prvek do 2 %.



Nejvíce využívaný legující prvek je chrom, který je feritotvorný a karbidotvorný. Abychom umožnili pasivaci v oxidačním prostředí je potřeba obsah Cr nad 11,7 %, což je v tomto případě splněno (vznik karbidů  $\text{FeCr}_{23}\text{C}_6$ ). U korozivzdorných ocelí slouží chrom hlavně pro zlepšení prokalitelnosti a k precipitaci karbidů při popouštění [25-26].

Molybden se využívá k eliminaci popouštěcí křehkosti. S chromem zlepšuje pasivační vrstvu. Navíc zlepšuje odolnost vůči štěrbinové korozi.

Nikl stabilizuje austenit, což vede ke zlepšení vlastností pro zpracování. Zlepšuje korozivzdornost při styku s vodou nebo anorganických kyselinách.

V místě kde je fosfor, chybí uhlík a způsobuje tak chemickou různorodost a segregace.

Žlutý nekovový prvek je síra, o které uvádí Schindler a Kawulok [25], že se v oceli vyskytuje ve formě sulfidů a díky ní, dochází k lámavosti. Díky zvyšování aktivity síry dojde k segregacím a vznikají již zmíněné sulfidy. Na Obr. 24b je vidět sulfid studovaného vzorku, jehož chemická analýza je v Tab. 6. Pokud ale přidáme mangan, síra se váže na něj a sulfidy pak zvýší tranzitní teplotu.

Dusík ze vzduchu se dostává přímo do výrobního procesu a při klesající teplotě se pak vylučuje a mění na nitrid  $\text{Fe}_4\text{N}$ , který zhoršuje tažnost a vrubovou houževnatost. Ve velké míře se mluví o dusíku jako o nežádoucím prvku kvůli stárnutí ocelí. Ve zkoumané oceli je podíl dusíku na vyšší úrovni.

### **3.4.2 Dosažené hodnoty před a po cyklickém namáhání**

Za účelem změny mechanických a technologických vlastností se provádí tepelné zpracování. Postup zpracování je v podstatě obdobný u všech ocelí, kdy je nejprve ohřev na vhodnou teplotu, poté výdrž a ochlazení. Dodaný materiál byl konvenčně zpracován, tedy nejprve kalen a poté popouštěn až bylo docíleno požadovaných vlastností. Z materiálu byly poté odebrány vzorky, na kterých byly prováděny cyklické zkoušky podle normy EN 1964-3. V Tab. 3 jsou zaznamenány hodnoty před cyklickým namáháním a v Tab. 4 pak hodnoty po cyklickém namáhání.

Tab. 3 Mechanické vlastnosti studované oceli před cyklickým namáháním

TAHOVÁ ZKOUŠKA								ZKOUŠKA VRUBOVÉ HOUŽEVNATOSTI			Tvrdość HBW	
Vzorek		Tloušťka (mm)	Délka (mm)	Plocha (mm <sup>2</sup> )	Síla zatižení (kN)	Mez kluzu Rp <sub>0,2</sub> (MPa)	Pevnost v tahu Rm (MPa)	Prodlou- žení A <sub>5</sub> (%)	KCV	Teplota (°C)	Energie (J)	2,5/187,5
A	Před zkouškou	4,97	25	19,4	17,6	907	1036	18,8	10x5	-50	52	314
	Po zkoušce		29,7		20,1						54 50	
B	Před zkouškou		25	19,4	17,3	892	1010	18,4			48	312
	Po zkoušce		29,6		19,6						52 52	

Než byla provedena cyklická zkouška, musely být zkoumané vzorky podrobeny tahové zkoušce. Tato zkouška byla provedena na zkušebním stroji Zwick/ Roell Z 250 podle normy EN ISO 6892-1, a to při teplotě 20°C. Hodnoty meze kluzu byly v průměru 900 MPa, pevnost v tahu 1023 MPa při průměrném prodloužení 18,6 %. Následovala zkouška vrubové houževnatosti KCV – RKP 450 Charpyho kladivem při -50°C podle normy ISO 148-1 s průměrnou energií nárazu 51,3 J. Nakonec se provedla zkouška tvrdosti podle Brinella dle EN ISO 6506-1 a vyšla HBW 313. Zaznamenané výsledky jsou uvedeny v Tab 5.

Jakmile se provedly potřebné materiálové zkoušky, následovala zkouška cyklickým tlakováním při okolní teplotě. V tomto případě se jedná o vzorky z tlakových lahví pro větší tlak než 450 barů, kdy byly podrobeny zkoušce dvě tlakové láhve a vydržely 81350 a 83961 cyklů do roztržení. Rozmezí tlaků byla 29 – 345 barů.

Takto zatížené láhve byly opět podrobeny tahové, tlakové a pevnostní zkoušce s průměrnými hodnotami Rp<sub>0,2</sub> 902,4 MPa, Rm 1009 MPa. Největšího prodloužení bylo dosaženo u vzorku C, který má v porovnání s ostatními vzorky nejnižší pevnost a mez kluzu. Všechny výsledky jsou shrnuty v Tab. 4.

Tab. 4 Mechanické vlastnosti studované oceli po cyklickém namáhání

TAHOVÁ ZKOUŠKA								ZKOUŠKA VRUBOVÉ HOUŽEVNATOSTI			TVRDOST HBW	
Vzorek		Tloušťka (mm)	Délka (mm)	Plocha (mm <sup>2</sup> )	Síla zatižení (kN)	Mez kluzu Rp <sub>0,2</sub> (MPa)	Pevnost v tahu Rm (MPa)	Prodloužení A <sub>5</sub> (%)	KCV	Teplota (°C)	Energie (J)	2,5/187,5
A	Před zkouškou	5	25	19,6	17,9	912	1024	22,4	10x5	20	62	304
	Po zkoušce		30,6		20,1						58 56	
B	Před zkouškou		25		17,7	901	1008	20,4			57	297
	Po zkoušce		30,1		19,8						60 57	
C	Před zkouškou		25		17,5	891	998	24,8			60	294
	Po zkoušce		31,2		19,6						56 60	
D	Před zkouškou		25		17,7	901	1008	24			60	300
	Po zkoušce		31		19,8						60 56	
E	Před zkouškou		25		17,8	907	1008	22,8			56	298
	Po zkoušce		31,7		19,8						60	

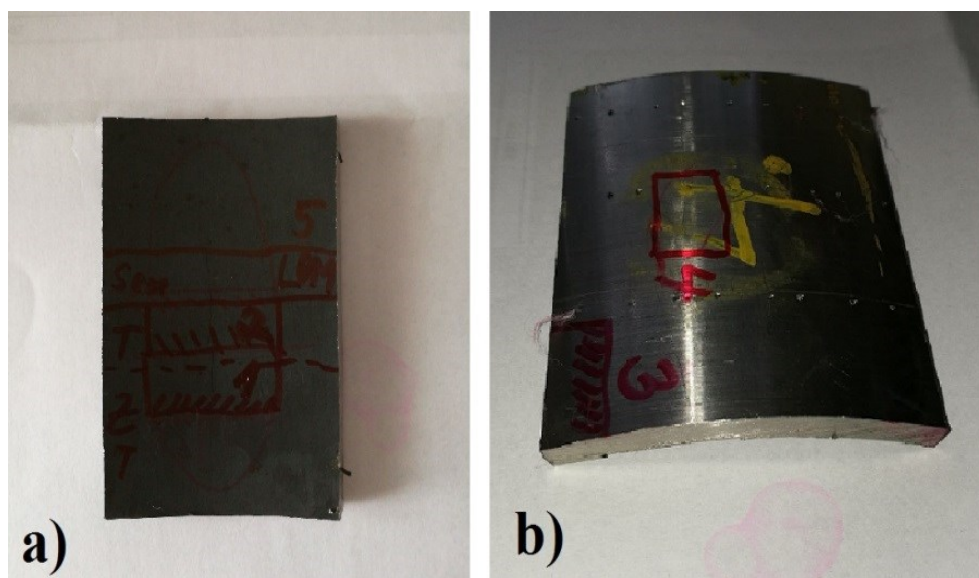
Při porovnání průměrných hodnot před a po cyklickém namáhání, je patrné, že se snížila pevnost po namáhání o 1,37 % a plasticita se naopak zvýšila o 0,27 %. Materiál se tedy nezpevňoval, pouze narůstala plasticita.

#### 4. Mikrostrukturní rozbor studovaného materiálu před a po cyklickém zatěžování

##### 4.1. Příprava vzorků

Proto, aby bylo možné studovat strukturu a povrch vzorku je potřeba, aby samotný povrch byl čistý, opravdu hladký a rovný. Dodané vzorky byly před a po cyklickém zatížení, navíc materiál a) Obr. 12 po cyklickém namáhání obsahoval trhlinu. Kusy oceli byly rozřezány

s použitím rozbrušovačky a následně zality do pryskyřice, která se nechá ztuhnout na vzduchu. Celkem byly připraveny čtyři vzorky, z nichž 3 byly zality pryskyřicí a jeden byl rozlomen v místě trhliny a použit pro bližší zkoumání zejména lomové plochy pomocí SEM. Odběr vzorků a odlitky jsou prezentovány na Obr. 13.



Obr. 12 Dodané vzorky a) vnitřní strana s naznačením řezů, b) vnější strana druhého vzorku s naznačením řezů



Obr. 13 Vzorky martenzitické korozivzdorné oceli, 1- počátek trhliny příčný řez, 2- střed trhliny příčný řez, 3- podélný řez

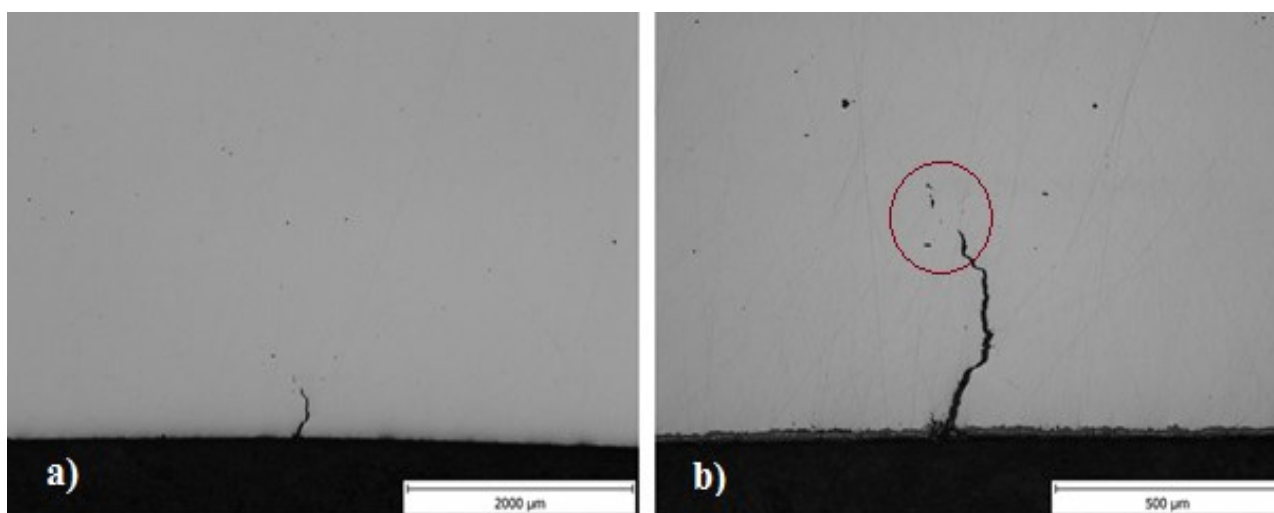
Po zalití za tepla do pryskyřice a utuhnutí následovalo broušení. Při této mechanické preparaci se postupně ubírá hrubost částic brusného zrna. Nejprve nejhrubší 60, pak 120, 320 a nakonec 400. Dalším krokem je mechanické leštění neboli jemné broušení s hrubostí zrn ve sledu 600, 800, 1200 a 2500. Konečnou operací je v tomto případě chemické leštění pomocí

oxidu hlinitého (hlinka) na filcové podložce do doby než je povrch lesklý. V průběhu operací je možné kontrolovat povrch, což se provádělo pomocí mikroskopu Olympus X70.

#### 4.2. Metalografické hodnocení vzorků




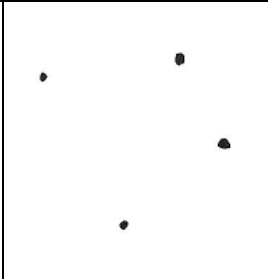
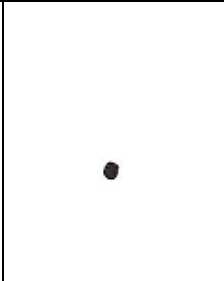
Pomocí světelného mikroskopu Olympus X70 byly pořízeny snímky vzorků ve vyleštěném stavu. Na Obr. 14 je možné vidět vzorek č. 1 ve dvou zvětšeních.

Podle normy ČSN ISO 4967 se vyhodnocovala čistota. Díky nízkému podílu vměstků je potřeba využít srovnávací metodu, kdy se hodnotí tvar a odrazivost světla nikoli jejich složení. Vzorky pro hodnocení mikročistoty musí být odebrány ve směru tváření. Mezinárodní standardy používají typ A pro sulfidy, B – oxidy řádkové, C- oxidy tvárné, D- globulární oxidy, DS- hrubé globulární vměstky. Toto hodnocení se provádí při stonásobném zvětšení což je znázorněno na Obr. 14b. Při porovnání s etalony dle normy odpovídá čistota vzorku stupni D1. Příklad hodnocení je možno vidět v Tab. 5.

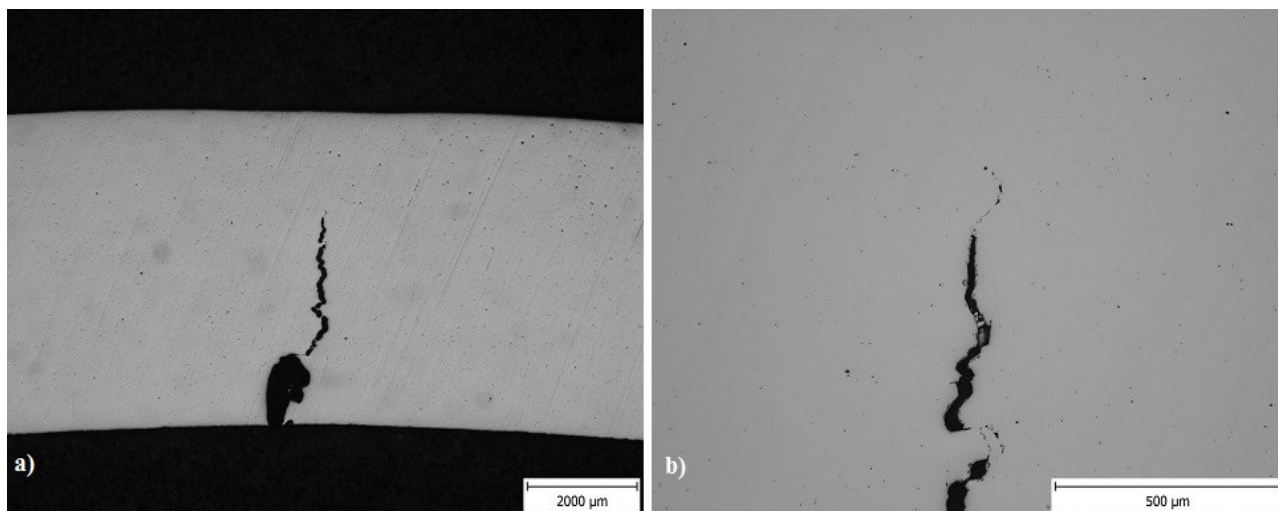


Obr. 14 vzorek 1 – leštěný stav, a) generální pohled, b) detail obr. 14 a s trhlinou

Tab. 5 Ukázka čistoty z normy ČSN ISO 4967 pro  $i=1$  při zvětšení 100x

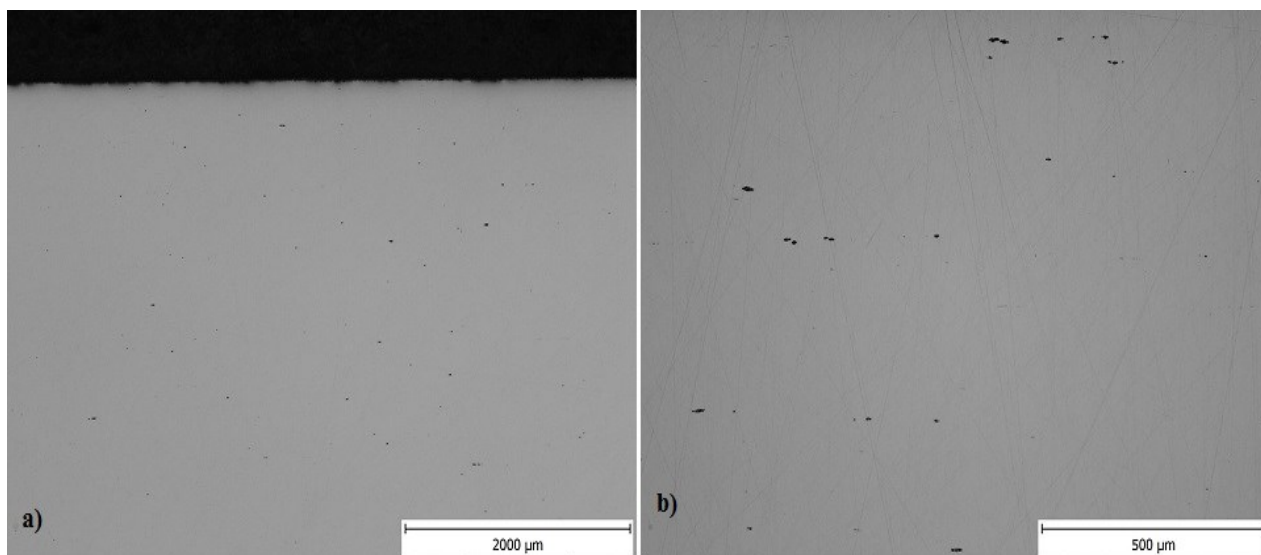
A – sulfidický typ	Silikátový typ	B – hlinitanový typ	D – oxidický globulární typ	DS – globulární typ
				

U druhého vzorku, který odpovídal příčnému řezu jako vzorek 1, ale byl odebrán ve středu trhliny, se po vyleštění hledalo místo s největším znečištěním pro porovnání s etalony. Na Obr. 15 žádné větší množství vměstků není patrné. Přesto, že se čistota hodnotí v podélném směru, tak se při pohledu na normu 4967 a snímek, jeví čistota v oblasti trhliny opět stupni D1.



Obr. 15 Vzorek 2- příčný řez trhlinou, a) generální pohled, b) detail Obr. 15a s trhlinou

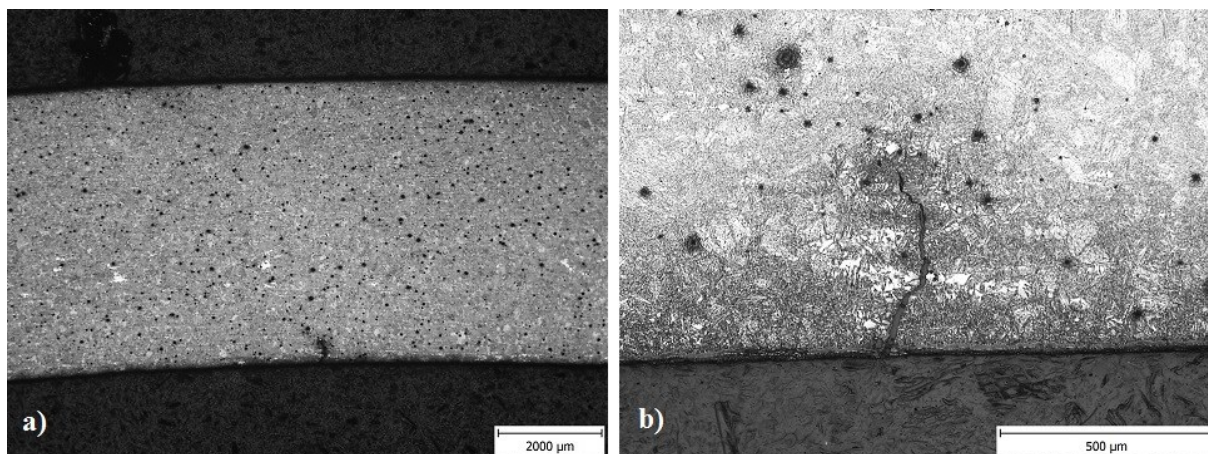
Na rozdíl od předcházejících dvou vzorků se hodnotil vzorek č. 3 Obr. 16, jak je správně uvedeno v normě ČSN ISO 4967 v podélném směru [27].



Obr. 16 Vzorek č. 3- podélný řez, a) generální pohled, b) detail z Obr. 16a

U třetího vzorku se liší čistota, podle porovnání s normou ČSN ISO 4967 se jeví vměstky jako sulfidy, tudíž čistota stupeň A 1,5.

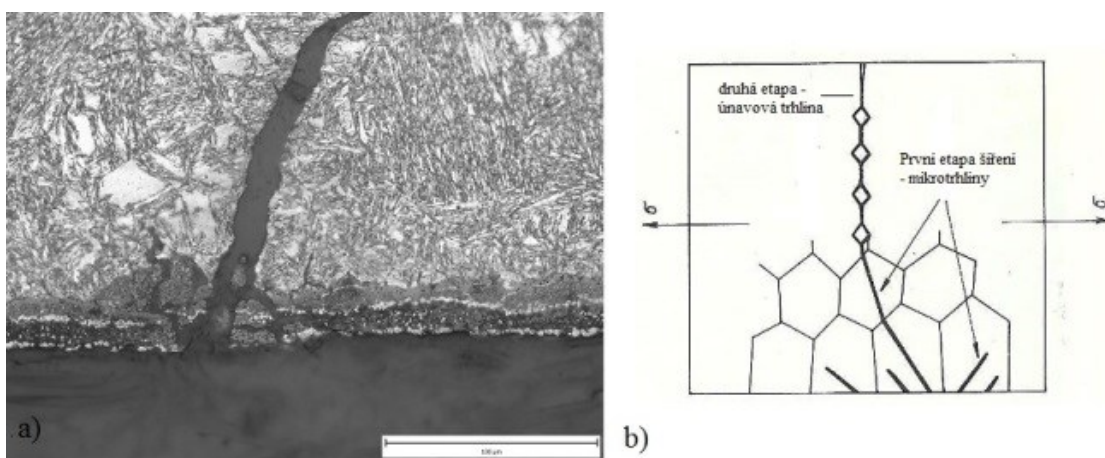
Před metalografickým hodnocením je posledním krokem naleptání struktury v silném roztoku kyseliny pro lepší náhled. Naleptáno bylo pomocí žluté kyseliny COR, kdy byl vzorek ponořen na krátkou chvíli do leptadla, poté omyt vodou, lihem a vysušen proudem vzduchu. Jednalo se v podstatě o makrolept [28]. Po naleptání prvního vzorku Obr. 17 se krásně ukázala struktura, kterou tvoří, jak již bylo popsáno, martenzit s malým množstvím  $\delta$ -feritu.



Obr. 17 vzorek 1 a) generální pohled b) detail po naleptání CORu

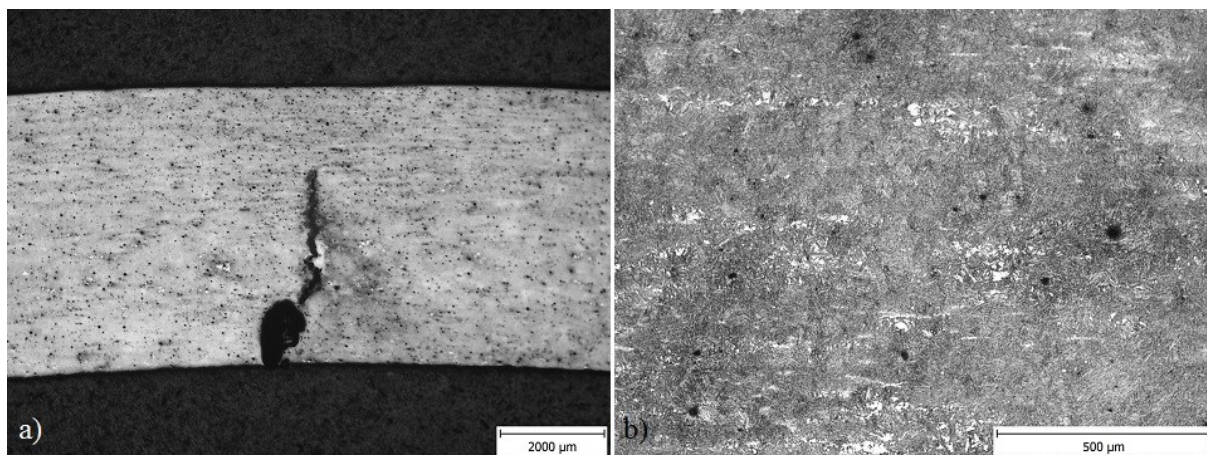


Při zvětšení je možné blíže prozkoumat detail trhliny, kde vidíme větší množství malých trhlinek (Obr. 18a). To nám poukazuje na únavovou trhlínu, která většinou vzniká na povrchu díky různým nerovnostem po obrábění, korozním důlkům nebo díky vadám materiálu. Pokud by materiál obsahoval ostré vměsky, může únavová trhlina vzniknout i uvnitř materiálu. Při cyklickém namáhání dochází k opakovanému pnutí materiálu, pokluzu a tvorbě intruzí (prohlubně v materiálu) nebo extruzí (nad materiál) [2]. Díky tomu se tvoří mikrotrhliny a největší (nejaktivnější) působením opakovaného zatížení se šíří kolmo na hlavní napětí obr. 18 b).



Obr. 18 a) Vzorek 1 – detail počátku vzniku trhlín na povrchu materiálu po cyklickém namáhání b) ukázka etap šíření únavového lomu [2].

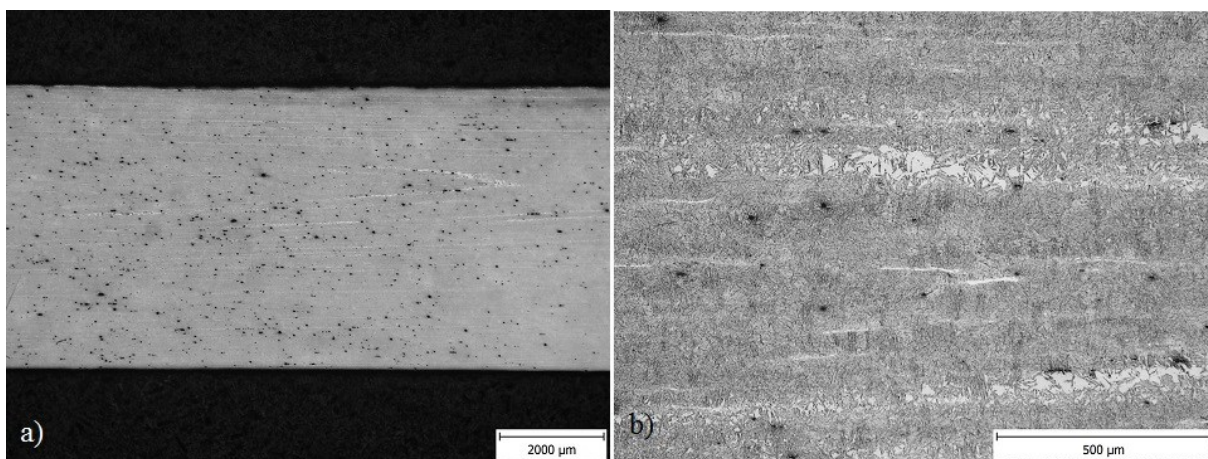
Ve středové oblasti trhliny byl pořízen druhý vzorek, na kterém je patrné šíření trhliny a opět je možno pozorovat martenzitickou strukturu. Na snímcích (Obr. 19) jsou vidět i vměsky a částečná segregace v horní části vzorku, což jsou nerovnoměrnosti ve struktuře, které vznikají při tuhnutí. Na obr. 19 b) jde vidět i  $\delta$  – ferit což jsou bílé podlouhlé oblasti na snímku.



Obr. 19 Vzorek č. 2 a) celkový pohled b) detail struktury

Řez materiálem v podélném směru znázorňuje Obr. 20 což je třetí vzorek. Zde je možno krásně vidět segregace do pásů. Na okraji vzorku při větším zvětšení lze pozorovat narušenou zoxidovanou vrstvu, která jde po austenitických zrnech.

Při studiu makrotrouptů bylo také hodnoceno oduhličení materiálu a bylo potvrzeno, že oduhličení nenastalo, což je velice příznivé a lze tedy očekávat i rovnoměrné vlastnosti po celém průřezu materiálem.



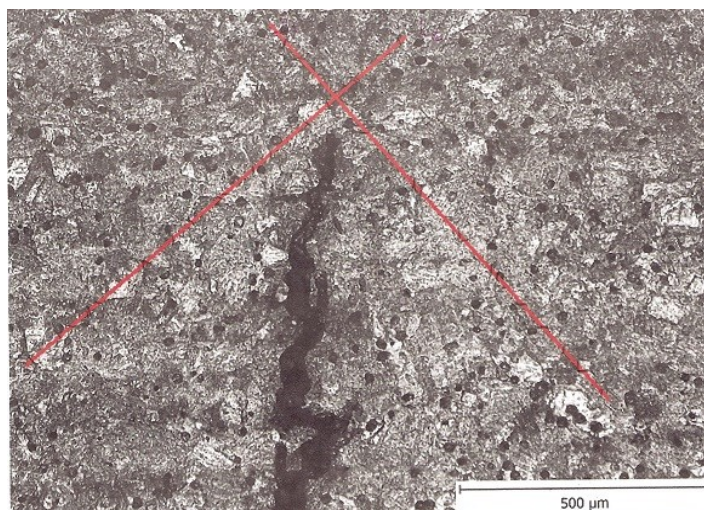
Obr. 20 Vzorek č. 3 a) celkový pohled b) detail mikrostruktury

Pro hodnocení velikosti zrna se používají metody srovnávací, počítání zrn, Snyder-Graffova a lineární.

Proto, abychom mohli pozorovat a hodnotit austenitické zrna, bylo potřeba změnit postup pro leptání vzorku. Jak uvedl v literatuře A. Košlev [13] pro pozorování zrna v martenzitických ocelích je potřeba materiál zahřát na teplotu 200°C – 250°C a poté ponořit do kyseliny pikrové ( $C_6H_3N_3O_7$ ) v poměru 5cm<sup>3</sup> HCL + 1g kyseliny pikrové + 95cm<sup>3</sup> ethylalkoholu. Takto připravený vzorek je vidět na Obr. 21. Vzhledem k tomu, že se v podmínkách laboratoře nepovedlo nahřát vzorek na dostatečnou teplotu, ale pouze na cca 80 °C, tak austenitické zrna není dobře pozorovatelné, tudíž se může stát, že měření není zcela přesné a je nutno ho pokládat pouze za orientační. Proto se pro hodnocení ještě zavedla druhá metoda dle ASTM E112 [29] Obr. 22.

#### 4.2.1 Lineární metoda

Nejpoužívanější metoda hodnocení velikosti zrn je lineární metoda. Na snímek byly naneseny 2 přímky a z nich bylo odečteno počet zrn Obr. 21 a poté vypočtena střední hodnota podle rovnice (3).



Obr. 21 Určení velikosti zrna lineární metodou

- délka úseček:  $L = L_1 + L_2 = 1030 + 1023 = 2053 \mu\text{m} = 2,053 \text{mm}$

- počet zrn:  $N = N_1 + N_2 = 30 + 25 = 55$

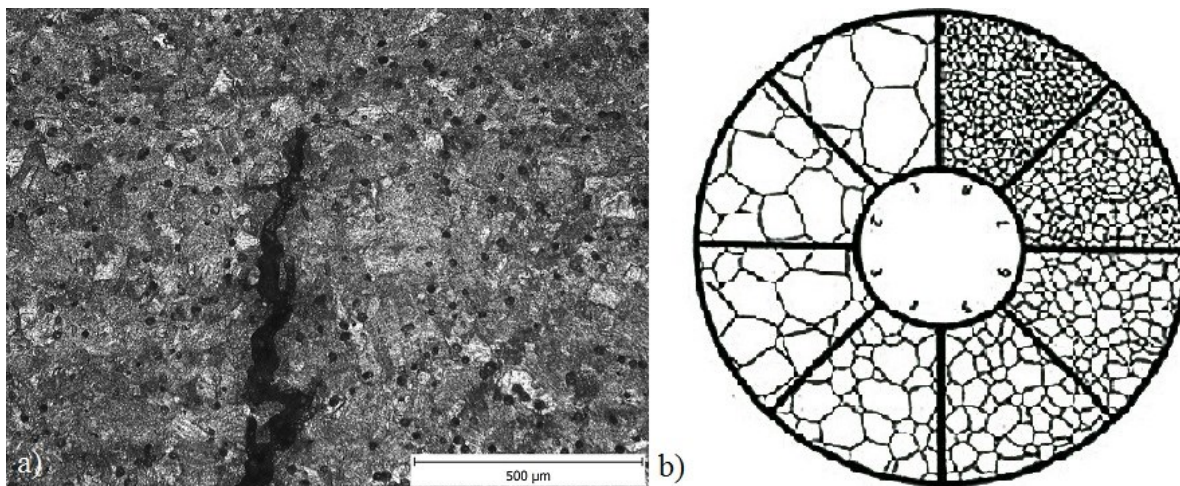
- střední průměr zrna:  $d_m \frac{L}{N \cdot g} = \frac{2,053}{55 \cdot 100} = 0,0004 \text{mm} = 0,4 \mu\text{m}$

Lze konstatovat, že měření velikosti zrna je pouze orientační a podle normy ČSN 42 0462 odpovídá G se stupni 7.

#### 4.2.2 Srovnávací metoda

Zde se srovnával zkoumaný vzorek (Obr. 22) s normou ASTM E112 a podle subjektivního názoru se shoduje velikost zrna G se stupněm 6.





Obr. 22 Vzorek 2 a) mikrostruktura s náznakem hranic zrn b) referenční obraz pro porovnávací analýzu

#### 4.2.3 Podíl $\delta$ -feritu

Jak již bylo uvedeno,  $\delta$ -ferit ve struktuře snižuje  $R_m$  při creepu a snižuje houževnatost. Proto je potřeba sledovat jeho podíl ve struktuře materiálu [30].

Podíl  $\delta$ -feritu se určí z  $Cr_{eq}$  (1), tzv. ekvivalent chromu a  $Ni_{eq}$ , tzv. ekvivalent niklu [23], které se po výpočtu vynesou do Schaefflerova diagramu (Obr. 3).

$$Ni_{eq} = 3,97 + 0,5 \times 0,46 + 30 \times 0,05 + 30 \times 0,019 = 6,27 \%$$

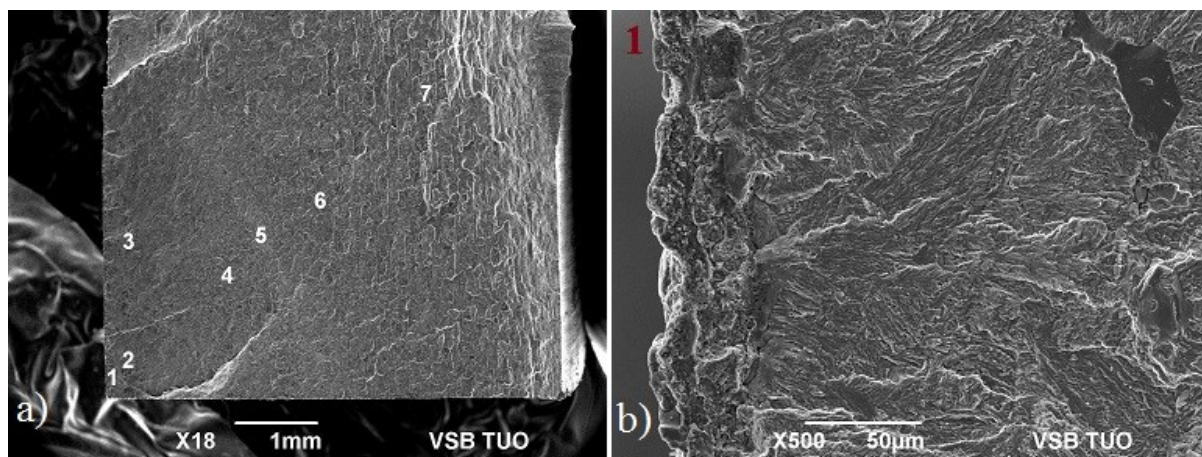
$$Cr_{eq} = 14,9 + 0,79 + 1,5 \times 0,69 = 16,73 \%$$

Při hodnotách  $Cr_{eq}$  (16,73) a  $Ni_{eq}$  (6,27) se podle Obr. 3 jeví procentuální oblast  $\delta$  feritu 20 %, což je přípustná hodnota pro nerezavějící ocel. Pomocí bodové metody bylo zjištěno o cca 5 %  $\delta$ -feritu méně. Nebyl proveden kompletní statistický soubor, ale orientačně byl podíl stanoven z deseti zorných polí.

### 4.3 Mikrofraktografie

Jedná se o metodu, kterou se blíže studují a hodnotí lomové plochy za použití mikroskopu. V tomto případě se jedná o mikroskop SEM JEOL JSM – 6490 LV (nízké vákuum). Díky vysokému rozlišení můžeme pozorovat znaky, které nás přivedou k mechanismu porušení materiálu.

Nejprve byl vzorek č. 4 (což je střed trhliny) rozpůlen, vyčištěn v acetonu a ultrazvuku, poté se zkoumala lomová plocha. Snímky jsou zobrazeny v režimu SEI neboli sekundární odražené elektrony. Když při pohledu na (Obr. 23) postupujeme zleva doprava, vidíme nejprve iniciační místa, postupové čáry, které se postupně zvětšují až dojde k dolomení vzorku. Jde tedy o únavové porušení.

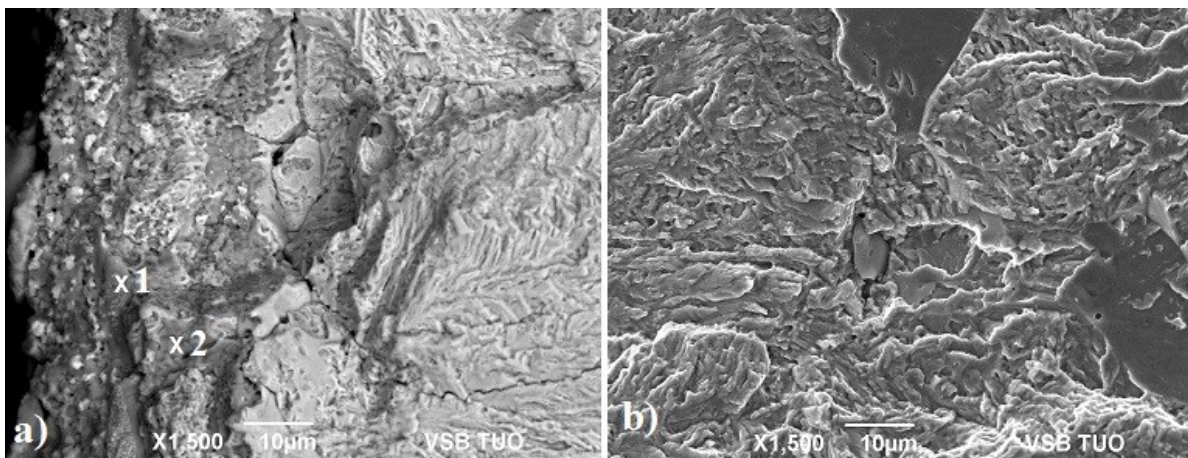


Obr. 23 a) Lomová plocha- celkový náhled s označenými oblastmi zájmu, b) detail 1

V prvním detailu Obr 23b) lze pozorovat korozi na povrchu vzorku, která mohla přispět k mikrotrhlinám. Zobrazené fazety nám ukazují, že částečně se šíří lom interkrystalicky po hranicích zrn a částečně transkrystalicky.

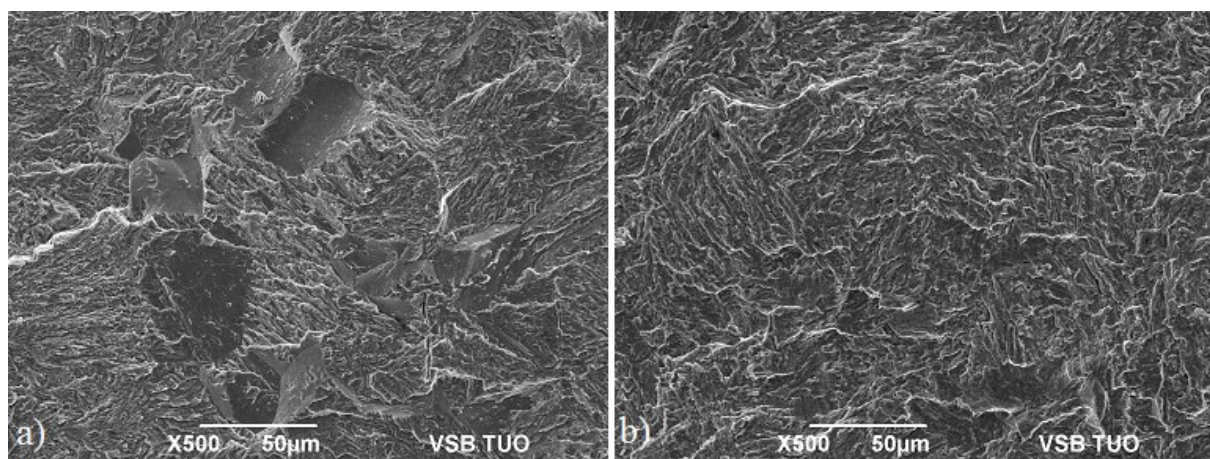
Ve druhé oblasti lomové plochy lze vidět sulfid, který je analyzován v Tab. 6. Přiblížení je vidět na obrázku 24 b).



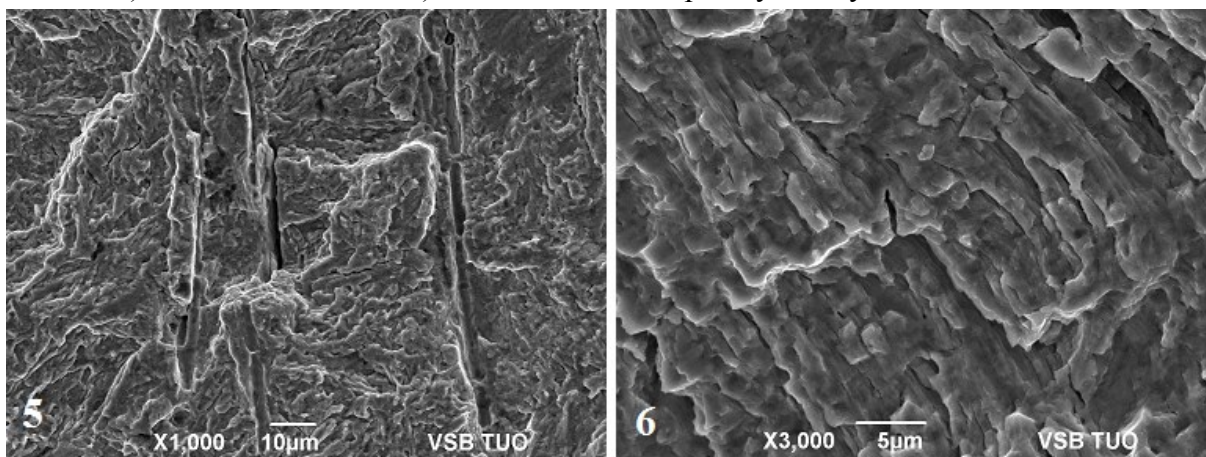


Obr. 24 a) Lomová plocha s naznačenými oblastmi zájmu v BEI b) detail oblasti 2 z Obr. 24 a v SEI

Třetí oblast (Obr. 25) vykazuje částečné striace a ve čtvrté oblasti jsou patrné i malé sekundární trhliny a sulfidy, respektive zbytky po sulfidech, které jsou lépe vidět v 5. oblasti při větším zvětšení Obr. 26. Čím dále od primární trhliny přibývají malé sekundární trhlinky oblast 6 Obr. 26b.

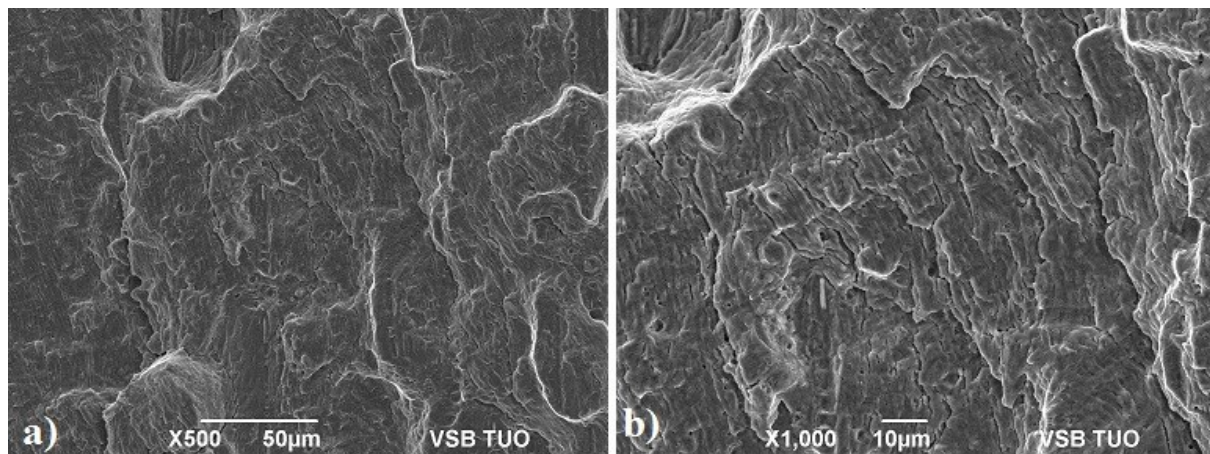


Obr. 25 a) Oblast 3 z Obr. 24a b) Oblast 4 – lomové plochy trhliny



Obr. 26 Lomová plocha oblasti 5 a 6 z Obr. 24a

V sedmé přiblížené oblasti (Obr. 27) jsou zřetelné velké postupové čáry a začíná dolom vzorku. Při dalším zvětšení je vidět velké množství trhlinek, které jsou pro dolom charakteristické.



Obr. 27 a) Lomová plocha oblasti 7 z Obr. 24a b) detail lomu z Obr. 27a

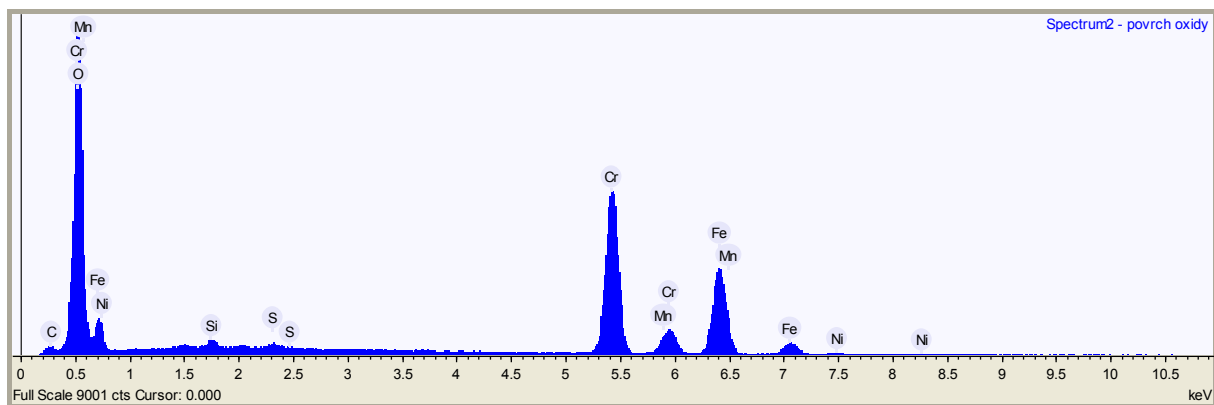
#### 4.3.1 Spektrální analýza

Po bližším prozkoumání lomové plochy byla provedena spektrální analýza ve třech bodech (Obr 24a) s cílem určit typ detekovaných částic na lomové ploše. Podobně jako při hodnocení čistoty materiálu byla potvrzena přítomnost jemnějších oxidických inkluzí a také výskyt komplexních sulfidů na bázi Mn, S, Ca a Mg. Vše je shrnuto v Tab. 6 a demonstrováno analýzami na Obr. 28-30.

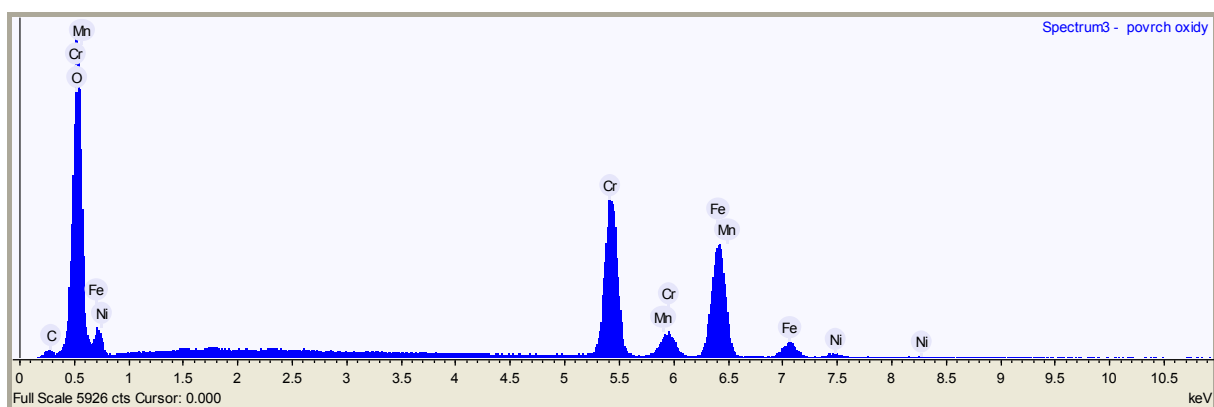
Tab. 6 Spektrální analýza detekovaných částic

Název	O	Mg	Si	S	Ca	Cr	Mn	Fe	Ni
Spectrum1 – sulfid		0,66		36,00	0,87	5,88	49,03	7,57	
Spectrum2 - povrch oxidy	39,88		0,66	0,27		31,61	1,04	25,96	0,58
Spectrum3 - povrch oxidy	37,65					28,06	1,22	31,66	1,40

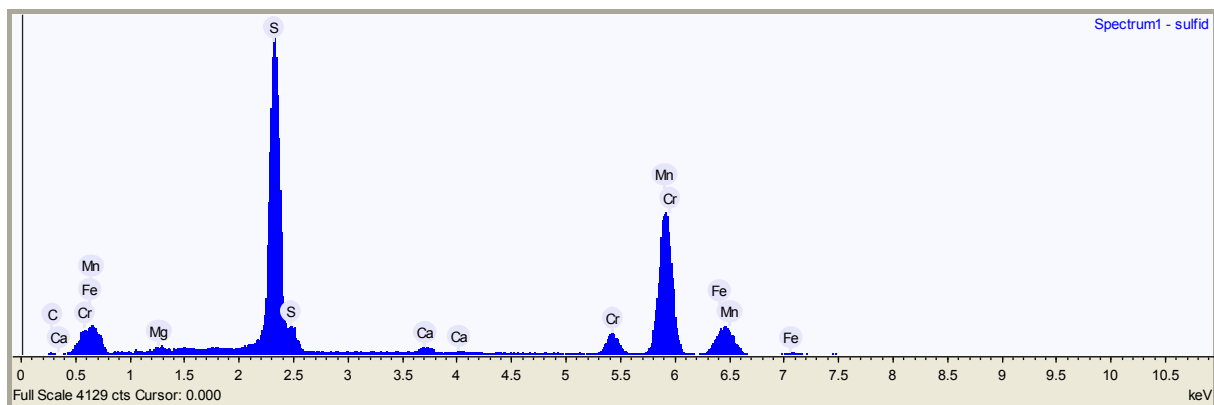




Obr. 28 Analýza lomové plochy těsně pod povrchem v místě 1 z Obr. 24a



Obr. 29 Analýza lomové plochy těsně pod povrchem v místě 2 z Obr. 24a



Obr. 30 Analýza komplexní sulfidické inkluze z Obr. 24b

## 5. Závěr

Práce hodnotí po teoretické stránce typy korozivzdorných ocelí s hlubší pozorností na martenzitickou korozivzdornou ocel s cca 15 % Cr, 4 % Ni a přísadou Mo. Jedná se o chromniklovou ocel, která vyniká mimo jiné dobrými mechanickými vlastnostmi a je vhodná pro vysokopevnostní aplikace a použití i ve slané vodě.

V experimentální části byly porovnávány mechanické vlastnosti martenzitické korozivzdorné oceli před a po cyklickém namáhání. Bylo zjištěno, že vlivem namáhání vzrostla mez kluzu o 0,27 %, ale pevnostní hodnoty poklesly na úkor plasticity o 1,37 %.

Metalografické hodnocení vzorků odhalilo martenzitickou strukturu s malým podílem  $\delta$ -feritu, který nepřesáhl 20 % což je přípustná hodnota pro nerezavějící ocel.

Cyklické zatěžování způsobilo únavovou trhlinu, pro kterou je charakteristické množství mikrotrhlin s postupným šířením až do lomu.

## Literatura:

- [1] COBB, M.H. *The History of Stainless Steel*. The materials information society, Material park, Ohaio 44073-0002. Dostupné z: [https://books.google.cz/books?id=E30rCBeM8nkC&pg=PA13&lpg=PA13&dq=Eduard+Maurer+a+Benno+Strauss&source=bl&ots=DWRmqF9emd&sig=saw2RLrGq763Tnyzqu8d5jJyPM&hl=cs&sa=X&ved=0ahUKEwjiy\\_zD\\_q\\_SAhVDfiwKHakRAuIQ6AEIOzAE#v=onepage&q=Eduard%20Maurer%20a%20Benno%20Strauss&f=false](https://books.google.cz/books?id=E30rCBeM8nkC&pg=PA13&lpg=PA13&dq=Eduard+Maurer+a+Benno+Strauss&source=bl&ots=DWRmqF9emd&sig=saw2RLrGq763Tnyzqu8d5jJyPM&hl=cs&sa=X&ved=0ahUKEwjiy_zD_q_SAhVDfiwKHakRAuIQ6AEIOzAE#v=onepage&q=Eduard%20Maurer%20a%20Benno%20Strauss&f=false)
- [2] LASEK, S. *Základy degradačních procesů*. VŠB-TU Ostrava. ISBN 978-80-248-3373-6, studijní opora dostupná: [http://katedry.fmmi.vsb.cz/Modin\\_Animace/Opory/03\\_Materialov%C3%A9\\_inzenyrstvi/01\\_Zaklady\\_degradacnich\\_procesu/Lasek\\_Zaklady\\_degradacnich\\_procesu.pdf](http://katedry.fmmi.vsb.cz/Modin_Animace/Opory/03_Materialov%C3%A9_inzenyrstvi/01_Zaklady_degradacnich_procesu/Lasek_Zaklady_degradacnich_procesu.pdf)
- [3] MAJEROVÁ, N. *Technologie povrchových úprav kovových materiálů proti korozi*, Masarykova univerzita, Brno 2010, Bakalářská práce dostupná: <http://docplayer.cz/10992217-Technologie-povrchovych-uprav-kovovych-materialu-proti-korozi.html>
- [4] STRNADEL, B., *Nauka o materiálu*, 2. vyd. Ostrava: Vysoká škola báňská - Technická univerzita, 2004. ISBN 80-248-0689-4.
- [5] SOJKA, J. *Technické materiály*. VŠB-TU Ostrava. číslo předmětu: 636-0811, studijní opora dostupná [http://katedry.fmmi.vsb.cz/Opory\\_FMMI/636/636-technicke\\_materialy.pdf](http://katedry.fmmi.vsb.cz/Opory_FMMI/636/636-technicke_materialy.pdf)
- [6] ADOLF, Z., *Sekundární metalurgie*, VŠB- TU Ostrava, studijní opora, dostupná: [http://katedry.fmmi.vsb.cz/Opory\\_FMMI/618/618-Adolf-sekundarni\\_metalurgie.pdf](http://katedry.fmmi.vsb.cz/Opory_FMMI/618/618-Adolf-sekundarni_metalurgie.pdf)
- [7] WIKIPEDIE, *Korozivzdorná ocel* [online cit.2016-02-28] dostupné: [https://cs.wikipedia.org/wiki/Korozivzdorn%C3%A1\\_ocel](https://cs.wikipedia.org/wiki/Korozivzdorn%C3%A1_ocel)
- [8] ČAMEK, L., *Slévárenství ocelových odlitků*, Ostrava: VŠB-TU Ov, 2013, studijní opora: [http://katedry.fmmi.vsb.cz/Modin\\_Animace/Opory/02\\_Metalurgicke\\_inzenyrstvi/10\\_Slevarenstvi\\_ocelovych\\_odlitku/Camek\\_Slevarenstvi\\_ocelovych\\_odlitku.pdf](http://katedry.fmmi.vsb.cz/Modin_Animace/Opory/02_Metalurgicke_inzenyrstvi/10_Slevarenstvi_ocelovych_odlitku/Camek_Slevarenstvi_ocelovych_odlitku.pdf)

- [9] HLUCHÝ, Miroslav a Jan KOLOUCH. *Strojírenská technologie 1*. 4., rev. vyd. Praha: Scientia, 2007. ISBN 978-80-86960-26-5.
- [10] SKETCHFAB, *Co je ocel* [online cit. 2016-03-21] dostupné: <http://ebook.veda-hrou.cz/cms/10-kapitola-1-co-je-ocel.html>
- [11] DILLINGER, J. *Moderní strojírenství pro školu i praxi*. Praha: Europa-Sobotáles, 2007. ISBN 978-80-86706-19-1.
- [12] MAZANEC, K., HYSPEKOVÁ, L., *Fyzikálně metalurgické vlastnosti martenzitu ocelí*, Praha 1983 Polygrafia nakladatelství ČSAV, 509-21-827
- [13] KOŠELEV, A. *Základy metalografie ocelí*, redigoval A. Železný, Brno: SNTL Praha 1953
- [14] ČÍHAL, V. *Korozivzdorné oceli a slitiny*. Praha: Academia, 1999. Česká matice technická (Academia). ISBN -80-200-0671-0.
- [15] TOTAL MATERIA, *databáze materiálů*, [online cit. 2016-04-09] dostupné: <http://www.totalmateria.com/page.aspx?ID=CheckArticle&site=kts&NM=457>
- [16] VITKOVICE MACHINERY GROUP. *Katalog ocelové láhve CNG*[online] dostupné z <http://www.vitkovice.cz/documents/10181/0/Katalog+%E2%80%93+Ocelov%C3%A9+lahve/10daa990-32cc-4bc3-ac05-2d8831c80262?version=1.0> Katalog Ocelové láhve dne 22.2.2017 17:21 SEČ
- [17] ASHOK LEYLAND. Report on CNG Cylinders for Automotiv Vehicle Aplication.2012. [online] <http://www.siamonline.in/SIAM-19th-CSR-Agenda/Anex12-AL-Report-on-Type-4-Cylinders.pdf>
- [18] ČLENOVÉ PS–3 ČATP, Česká asociace technických plynů. Tlaková láhev. *Tlaková láhev: Dokument 1/2013* [online]. Praha, 2013, 5-27 [cit. 2016-02-23]. Dostupné z: <http://www.svazpotapecu.cz/soubor-tlakove-lahve-2011-46-.pdf>
- [19] KUNZ. L, *Experimentální stanovení únavových charakteristik materiálů*, EDIS Žilina, 2003. ISBN 80-8070-069-9

- [20] KRESLIL., M. A SPOL., *Cyklická deformácia a únava kovov*, VEDA Bratislava, 1986.71-018-87 CDA
- [21] LAUSCHMANN., H., *Mezní stavy I únava materiálu*, ČVUT Praha, 2007. ISBN 978-80-01-03671-6
- [22] FIALA,J.,MENTL,V.,ŠUTTA, P., *Struktura a vlastnosti materiálu*, Praha: Academia, 2003. ISBN 80-200-1223-0.
- [23] FREMUNT, P., PODRÁBSKÝ, T. *Konstrukční oceli*. Brno: Akademické nakladatelství CERM, 1996. ISBN 80-85867-95-8.
- [24] WANG, P., LU, S. P., XIAO, N. M., LI, D., LI, Y. Y: *Effect of delta ferrite on impact properties of low carbon 13Cr-4Ni martensitic stainless steel*, Mat. Sci. Eng., Vol. 527, Issue 13-14, 2010, pp. 3210-3216
- [25] SCHINDLER, I., KAWULOK, R., *Teoretické základy tváření materiálu*.VŠB-TU Ostrava 2013. Opora dostupná : [http://katedry.fmmi.vsb.cz/Opory\\_FMMI/633/633-Teoretick%C3%A9%20z%C3%A1klady%20tv%C3%A1%C5%99en%C3%AD%20materi%C3%A1lu.pdf](http://katedry.fmmi.vsb.cz/Opory_FMMI/633/633-Teoretick%C3%A9%20z%C3%A1klady%20tv%C3%A1%C5%99en%C3%AD%20materi%C3%A1lu.pdf)
- [26] ŠENBERGER, J., *Metalurgie oceli na odlitky*. VUT-Brno. Akademické nakladatelství CERM, s.r.o. Brno 2003. ISBN 80 – 214 – 2509 – 1
- [27] JONŠTA,P., HUBY,V.,SILBERNAGEL,A., *Praktická metalografie*, Kovosil, Ostrava 2008. ISBN 978-80-903694-3-6
- [28] VODÁREK, V. *Metody studia struktury: učební text*. Ostrava: Vysoká škola báňská - Technická univerzita, 2012. ISBN 978-80-248-2559-5.
- [29] ASTM E112 – 10. Standard Test Methods for Determining Average Grain Size. West Conshohocken: ASTM International, 2010.
- [30] SCHAFER, L.: *Influence of delta ferrite and dendritic carbides on the impact and tensile properties of martensitic chromium steel*, J. Nuclear mater., Vol. 258-263, 1998, pp. 1336-1339.